



SKRIPSI

METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENGUKURAN HIPOKLORIT MENGGUNAKAN RHODAMIN B

MUHAMMAD AINUL FAHMI
NRP. 1411 100 097

Dosen Pembimbing
Suprpto, Ph.D.

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2015



SCRIPT

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF HYPOCHLORITE USING RHODAMINE B

**MUHAMMAD AINUL FAHMI
NRP. 1411 100 097**

**Advisor Lecturer
Suprpto, Ph.D.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
Faculty Of Mathematics And Natural Sciences
Sepuluh Nopember Institute Of Technology
Surabaya
2015**

METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENGUKURAN HIPOKLORIT MENGUNAKAN RHODAMIN B

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana pada Program Studi S-1
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

MUHAMMAD AINUL FAHMI
NRP. 1411 100 097

Surabaya, 24 Juni 2015

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENGUKURAN HIPOKLORIT MENGUNAKAN RHODAMIN B

SKRIPSI

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana pada Program Studi S-1
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya**

**Oleh:
MUHAMMAD AINUL FAHMI
NRP. 1411 100 097**

**Surabaya, 24 Juni 2015
Menyetujui,
Dosen Pembimbing**

Suprpto, Ph.D

NIP. 19720919 199802 1 001

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**

Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D

NIP. 19691017 199412 1 001



METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENGUKURAN HIPOKLORIT MENGGUNAKAN RHODAMIN B

Nama Mahasiswa : Muhammad Ainul Fahmi
NRP : 1411 100 097
Jurusan : Kimia ITS
Pembimbing : Suprpto, Ph.D.

Abstrak

Metode spektrofotometri untuk pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari hipoklorit terhadap Rhodamin B. Ion hipoklorit mengoksidasi Rhodamin B sehingga terjadi penurunan absorbansi pada kurva kalibrasi dengan nilai sensitivitas molar -371,9 dan koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,992. Pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan reagen KI dan buffer telah berhasil dilakukan dengan mereaksikan ion hipoklorit yang berasal dari asam hipoklorit (HOCl) terhadap Rhodamin B dengan membandingkan data dari uji F. Ion hipoklorit yang mengoksidasi Rhodamin B diukur sebagai selisih absorbansi yang diplotkan pada kurva kalibrasi dengan nilai absorptivitas molar 0,002, koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,992, limit deteksi $0,949 \mu\text{g mL}^{-1}$ dan limit kuantitasi $2,875 \mu\text{g mL}^{-1}$. Pengaruh waktu reaksi menghasilkan grafik absorbansi yang menurun sebanding dengan konsentrasi hipoklorit sehingga sesuai dengan kinetika reaksi orde satu. Selain itu, hipoklorit dapat bereaksi lebih cepat pada pH asam daripada pH basa yang dibuktikan dari perubahan spesi hipoklorit menjadi HOCl.

Kata kunci: *pengukuran hipoklorit, spektrofotometri dan Rhodamin B*

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF HYPOCHLORITE USING RHODAMINE B

Name: Muhammad Ainul Fahmi

NRP: 1411 100 097

Majors: Chemistry ITS

Advisor Lecturer: Suprpto, Ph.D.

Abstract

Spectrophotometric determination of hypochlorite using Rhodamine B has been conducted. The absorbance of Rhodamine B decreased as hypochlorite concentration increased. Molar sensitivity of -371,9 and correlation coefficient (R^2) of 0,992 were obtained from calibration curve of Rhodamine B in the present of hypochlorite. Determination of hypochlorite by Rhodamine B without the addition of KI and buffer reagent have been successfully carried out by reacting the hypochlorite ion derived from hypochlorous acid (HOCl) to Rhodamine B. The absorbance was plotted with a value of molar absorptivity of 0,002 and the correlation coefficient (R^2) of 0.992, detection limit of $0.949 \mu\text{g mL}^{-1}$ and quantitative limit of $2.875 \mu\text{g mL}^{-1}$. First order reaction kinetics was obtained for hypochlorite-Rhodamine B reaction. Moreover, hypochlorite can react faster in acidic solution than those of base solution and proved by the hypochlorite transformation into HOCl.

Keywords: *hypochlorite determination, spectrophotometric, Rhodamine B*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan naskah skripsi yang berjudul **"METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENGUKURAN HIPOKLORIT MENGGUNAKAN RHODAMIN B"** dengan baik dan lancar.

Penulisan naskah ini dapat selesai berkat bantuan, dukungan dan dorongan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Suprpto, Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan waktu, arahan, bimbingan, pemahaman, ilmu dan segala diskusi selama proses penulisan naskah ini.
2. Bapak Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku kepala laboratorium Kimia Analisis dan Instrumentasi.
3. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah ini dapat terselesaikan
4. Ibu, Bapak dan keluarga yang telah memberikan dukungan, motivasi, do'a serta semangat yang tiada henti
5. Teman-teman Laboratorium Instrumentasi dan Analitik serta teman-teman angkatan 2011 S1 Kimia ITS yang telah memberikan dukungan dalam penyelesaian naskah ini.
6. Semua pihak yang berkontribusi selama proses pengerjaan naskah ini.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun terhadap naskah ini. Semoga naskah ini bisa memberikan manfaat dan inspirasi bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, Juni 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Hipoklorit	5
2.2 Pengukuran Hipoklorit	7
2.2.1 Metode Spektrofotometri	7
2.2.2 Metode Iodometri dan Spektrofotometri dengan Rhodamin B	9
2.3 Sensitifitas Metode Spektrofotometri	11

2.4 Rhodamin B	12
2.5 Metode Spektrofotometri Ultraviolet-Visibel (UV-Vis)	13
2.6 Validasi Metode	16
2.6.1 Presisi	16
2.6.2 Limit Deteksi	16
2.6.3 Limit Kuantitasi	17
2.6.4 Uji t	17
2.6.5 Uji F	18
2.7 Pelindian Emas dengan Larutan Hipoklorit/Klorida	18
BAB III METODOLOGI	
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Kerja	21
3.2.1 Uji Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B	21
3.2.2 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B	22
A. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B	22
B. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B+KI	22
3.2.3 Pengaruh Penambahan Buffer	22
A. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B	22
B. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B+KI	23
3.2.3 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kinetika Reaksi	23

3.2.4 Pengaruh pH	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B	25
4.2 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B	29
4.3 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan KI	30
4.4 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan Buffer	32
4.4 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan KI dan Buffer	34
4.5 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kinetika Reaksi	36
4.6 Pengaruh pH	41
BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	51
BIODATA PENULIS	73

DAFTAR TABEL

No. Tabel	Judul Tabel	Halaman
2.1	Perbandingan E° dari Klorin Oksianion	6
B.1	Tabel Uji t	60
B.2	Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel	62
B.2	Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel	64
B.4	Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel	66
B.5	Tabel untuk Penentuan Orde Satu	67
C.1	Molar dan Volume Pengenceran NaOCl	70
C.2	Molar dan Volume Pengenceran NaOCl	71

DAFTAR GAMBAR

No. Gambar	Judul gambar	Halaman
2.1	Diagram Pourbaix dari hipoklorit	7
2.2	Reaksi Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dan KI	10
2.3	Struktur Molekul Rhodamin B	12
2.4	Reaksi Sintesis Rhodamin B	13
2.5	Ilustrasi Spektrofotometri UV-Vis	15
4.1	Spektra Rhodamin B dan Rhodamin B + NaOCl	25
4.2	Reaksi yang diusulkan Rhodamin B teroksidasi oleh ion hipoklorit	26
4.3	Spektra Rhodamin B (10^{-5}M) pada variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5}M).	27
4.4	Perubahan absorbansi Rhodamin B pada variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5}M)	27
4.5	Kurva intensitas absorpsi Rhodamin B (10^{-5}M) Vs penambahan konsentrasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5}M)	28
4.6	Kurva Kalibrasi hipoklorit ($1\text{-}5\ \mu\text{g mL}^{-1}$) menggunakan Rhodamin B	30
4.7	Kurva Kalibrasi hipoklorit ($1\text{-}5\ \mu\text{g mL}^{-1}$) menggunakan Rhodamin B dengan KI	31
4.8	Kurva kalibrasi hipoklorit ($1\text{-}5\ \mu\text{g mL}^{-1}$) menggunakan Rhoadamin B dengan buffer pH=4	33
4.9	Kurva kalibrasi hipoklorit ($1\text{-}5\ \mu\text{g mL}^{-1}$) dengan reagen KI dan buffer pH=4	35

4.10	Spektra Rhodamin B sebagai fungsi dari waktu reaksi.	36
4.11	Kurva absorbansi Rhodamin B (10^{-5}M) terhadap waktu reaksi pada konsentrasi $\text{NaOCl } 10^{-2}\text{M}$	37
4.12	Kurva Orde Pertama Kinetika Reaksi	39
4.13	Grafik absorbansi Rhodamin B (10^{-5}M) terhadap waktu dengan penambahan konsentrasi $\text{NaOCl } (10^{-2}\text{-}10^{-5}\text{M})$	40
4.14	Plot dari $\ln \frac{C_{RB(t)}^1}{C_{RB(0)}^1}$ dengan waktu reaksi pada variasi konsentrasi OCl^-	41
4.15	Grafik pengaruh pH terhadap spesi hipoklorit	42
4.16	Diagram Pourbaix dari hipoklorit	43
B.1	Kurva Standar Rhodamin B	67

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya pada tanggal 25 Mei 1993 sebagai anak pertama dari dua bersaudara. Penulis adalah alumnus dari SD Sukomanunggal III Surabaya, SMPN 26 Surabaya, dan SMAN 11 Surabaya. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Jurusan Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SNMPTN Tulis pada tahun 2011. Penulis sempat menempuh kerja praktik di *PT. Chevron Pacific Indonesia* di

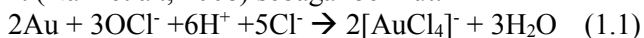
Rumbai, Riau. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen Riset dan Teknologi (RISTEK) di Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2012/2013. Selama menjadi mahasiswa di kimia ITS, penulis mengambil tugas akhir dibidang kimia analitik. Penulis dapat dihubungi melalui email ainul.fahmi@yahoo.com.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Metode ekstraksi emas secara hidrometalurgi biasanya menggunakan pereaksi sianida dan merkuri. Pereaksi sianida dan merkuri memiliki tingkat toksisitas yang sangat tinggi dan perolehan emas yang didapatkan relatif sedikit yaitu lebih kecil dari 60% (Widodo dan Aminuddin, 2011). Oleh karena itu, digunakan alternatif pereaksi untuk menggantikan larutan sianida dan merkuri. Hasab et al., (2014) melaporkan tentang penggunaan larutan hipoklorit-ion klorida untuk pelindian emas untuk menggantikan larutan sianida dan merkuri. Hal tersebut dibuktikan kembali oleh Yanuar (2015) yang melaporkan tentang pelindian emas dengan larutan NaOCl sebagai donor hipoklorit yang dapat menghasilkan persen ekstraksi emas yang lebih besar yaitu sekitar 89% daripada penggunaan sianidasi dan amalgamasi. Persamaan (1.1) menunjukkan reaksi pelindian emas dengan hipoklorit (Nam et al., 2008) sebagai berikut:



Uji kuantitatif emas dari hasil pelindian emas dengan larutan hipoklorit dapat dilakukan dengan AAS (*Atomic Absorbsion Spectroscopy*), ICP (*Inductively Coupled Plasma*) dan Spektrofotometer UV-Vis. Penggunaan spektrofotometri untuk uji kuantitatif hasil pelindian emas memerlukan reagen pengompleks untuk memberikan warna pada larutan hasil pelindian emas. Yanuar (2015) melaporkan tentang penggunaan Rhodamin B untuk uji kuantitatif hasil pelindian emas pada larutan hipoklorit-klorida pada fasa air. Namun, permasalahan terjadi ketika dilakukan uji kuantitatif terhadap larutan hasil pelindian emas dengan hipoklorit tersebut. Terdapat ion hipoklorit yang mengoksidasi Rhodamin B saat dilakukan pengujian menggunakan metode spektrofotometri. Rhodamin B teroksidasi dengan adanya ion hipoklorit sisa yang tidak bereaksi

dengan emas dimana, warna dari Rhodamin B terdecolorisasi dengan adanya ion hipoklorit sehingga mengganggu pembacaan absorbansi saat pengukuran kadar emas dengan spektrofotometer UV-Vis. Oleh karena itu, perlu dilakukan uji pengaruh ion hipoklorit terhadap Rhodamin B.

Pasha dan Narayana (2007) mengembangkan metode spektrofotometri yang cepat dan sederhana untuk pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B. Pada metode ini ditambahkan reagen KI dan buffer pH 4 pada media asam yang direaksikan dengan hipoklorit sehingga membebaskan ion iodin. Ion iodin ini digunakan untuk mendekolorisasi warna merah muda dari Rhodamin B. Pengaruh peningkatan konsentrasi hipoklorit dilaporkan dapat menurunkan absorbansi dari Rhodamin B. Penggunaan iodin ini didasarkan dari konsep iodometri yaitu seberapa banyak ion iodin (I_2) yang diproduksi dari pengoksidasian ion hipoklorit (OCl^-) terhadap ion iodat (I^-). Namun berdasarkan masalah diatas sebelumnya, bukan iodin (I_2) yang menjadi masalah karena dapat mengoksidasi Rhodamin B namun sebaliknya ion hipoklorit yang secara langsung mengoksidasi Rhodamin B. Begitu pula dengan penggunaan KI dan buffer tidak digunakan pada hasil pelindian emas menggunakan hipoklorit, dikarenakan akan membentuk kompleks baru yaitu $[AuI_4]^-$ (Homick et al., 1976) yang tidak diinginkan pada pelindian emas dengan hipoklorit. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengukuran hipoklorit dengan Rhodamin B tanpa reagen KI dan buffer, kemudian hasil yang didapatkan dibandingkan dengan pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan penambahan reagen KI dan buffer.

Zhu et al. (2014) mengembangkan pengukuran hipoklorit dengan senyawa pewarna Probe 1. Probe 1 yang terbuat dari *N*-phenyldiethanolamine dan tetracyanoethylene dalam dimethylformamide merupakan senyawa pewarna hasil sintesis yang dapat terdecolorisasi dengan adanya ion hipoklorit sehingga dapat digunakan untuk pengukuran ion hipoklorit secara spektrofotometri. Hasil penelitian menunjukan adanya penurunan

absorbansi sebanding dengan lamanya waktu reaksi. Begitu juga dengan Ho et al., (2010) yang melaporkan adanya faktor waktu reaksi yang mempengaruhi kinetika reaksi dari pengoksidasian hipoklorit terhadap senyawa pewarna Reactive Blue CI 19 sehingga menyebabkan penurunan absorbansi sebanding dengan lamanya waktu bereaksi. Permasalahan juga terjadi pada pengaruh hipoklorit terhadap Rhodamin B yang dapat menurunkan absorbansi Rhodamin B seiring berjalannya waktu reaksi (Carissimi et al., 2000) sehingga perlu dilakukan uji pengaruh waktu reaksi untuk mengetahui kinetika reaksi dari Rhodamin B terhadap hipoklorit.

Pada penelitian ini akan dilakukan uji pengaruh Rhodamin B terhadap ion hipoklorit dengan metode spektrofotometri yang diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Penelitian ini juga akan menentukan pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B pada media HCl tanpa reagen KI dan buffer dengan metode spektrofotometri. Hasil pengukuran hipoklorit tanpa reagen KI akan dibandingkan dengan pengukuran hipoklorit dengan konsep iodometri menggunakan KI dan buffer sebagai reagen yang akan direaksikan dengan ion hipoklorit pada pengukuran spektrofotometri dengan Rhodamin B. Selain itu, penelitian ini juga akan mengukur ion hipoklorit pada range waktu tertentu untuk menentukan kinetika reaksinya serta menentukan pengaruhnya terhadap pH .

1.2 Perumusan Masalah

Pelindian emas dan merkuri dapat dilakukan menggunakan larutan hipoklorit sebagai pereaksi pelindi. Penggunaan hipoklorit sebagai pereaksi pelindi menyebabkan pengukuran emas menggunakan spektrofotometri UV-Vis melalui pembentukan senyawa kompleks $[\text{AuCl}_4]^-$ dengan Rhodamin B terganggu. Hal ini disebabkan teroksidasinya Rhodamin B oleh sisa hipoklorit yang digunakan untuk pelindian. Dengan demikian pengaruh konsentrasi hipoklorit dalam larutan terhadap pengurangan absorbansi larutan Rhodamin B perlu diteliti. Hasil

pengukuran hipoklorit akan dibandingkan dengan hasil pengukuran hipoklorit menggunakan penambahan reagen KI dan buffer. Disamping itu, kesetimbangan reaksi oksidasi-reduksi Rhodamin B juga dipengaruhi oleh waktu reaksi dan pH larutan. Oleh karena itu pada penelitian ini, faktor waktu reaksi dan pengaruh pH pada oksidasi Rhodamin B oleh hipoklorit juga dipelajari.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengukur hipoklorit dan untuk mengetahui pengaruh waktu reaksi dan pH terhadap absorbansi Rhodamin B pada pengukuran dengan metode spektrofotometri. Dengan penelitian ini korelasi kuantitatif antara konsentrasi ion hipoklorit dengan Rhodamin B menggunakan metode spektrofotometri akan dapat dirumuskan.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk memberikan informasi tentang cara menguji pengaruh ion hipoklorit terhadap Rhodamin B dengan metode spektrofotometri dan untuk memberikan informasi pengukuran ion hipoklorit dengan Rhodamin B serta pengaruhnya terhadap waktu reaksi dan pH dengan menggunakan metode spektrofotometri.

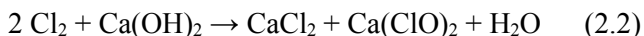
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hipoklorit

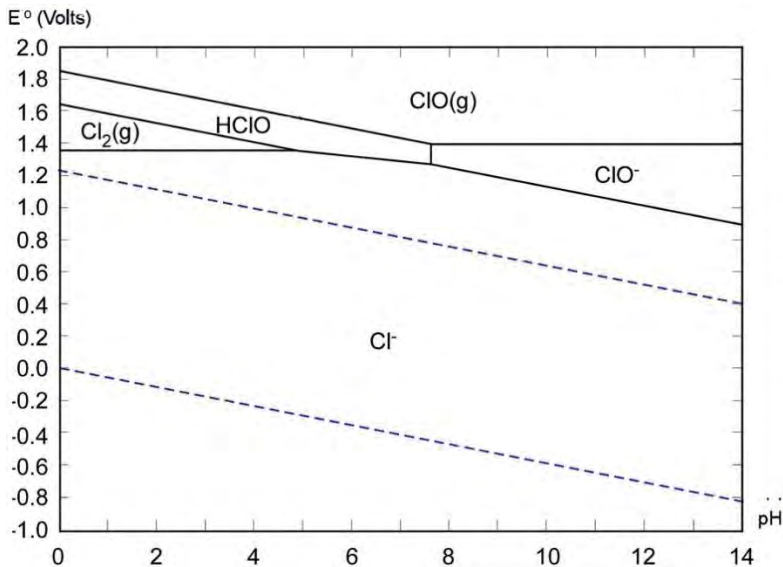
Hipoklorit merupakan ion yang tersusun dari klorin dan oksigen yang mempunyai rumus kimia OCl^- . Hipoklorit pada dasarnya mengacu pada garam dari asam hipoklorit. Hipoklorit merupakan senyawa yang tidak stabil karena dapat terdekomposisi seiring berjalannya waktu membentuk kristal garam dan gas oksigen. Oleh karena itu, hipoklorit sering ditemukan dalam bentuk larutannya. Hipoklorit banyak digunakan sebagai agen pemutih atau *bleaching agent* pada natrium hipoklorit (NaOCl) dan kalsium hipoklorit (Ca(OCl)_2) (Pasha, 2008). Penggunaan hipoklorit sebagai agen bleaching dikarenakan hipoklorit merupakan agen pengoksidasi yang kuat diantara klorin oksianion lainnya. Hal tersebut dapat dibandingkan dari harga potensial standar setengah selnya (E°) yang ditunjukkan Tabel 2.1. Pada tabel tersebut juga menunjukkan klorin oksianion lebih mengoksidasi kuat dalam kondisi asam (Cotton., et al 1988). Diagram pourbaix (Gambar 2.1) juga yang menunjukkan bahwa pada pH asam spesi hipoklorit berubah menjadi HOCl dan Cl_2 dengan nilai potensial sel yang semakin meningkat sehingga hipoklorit lebih mengoksidasi pada kondisi asam.

Pembuatan garam hipoklorit yaitu NaOCl dan Ca(OCl)_2 dapat dilakukan dengan mereaksikan klorin dengan larutan soda api. Konsentrasi akhir dari garam hipoklorit tergantung dari penambahan konsentrasi awal larutan soda api. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Tabel 2.1 Perbandingan E° dari klorin oksianion

Ion	Kondisi Asam	E° (V)	Kondisi Netral/Basa	E° (V)
Hipoklorit	$\text{H}^+ + \text{HOCl} + \text{e}^- \rightarrow \frac{1}{2}\text{Cl}_2(\text{g}) + \text{H}_2\text{O}$	1.63	$\text{ClO}^- + \text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + 2\text{OH}^-$	0.89
Klorit	$3\text{H}^+ + \text{HOClO} + 3\text{e}^- \rightarrow \frac{1}{2}\text{Cl}_2(\text{g}) + 2\text{H}_2\text{O}$	1.64	$\text{ClO}_2^- + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + 4\text{OH}^-$	0.78
Klorat	$6\text{H}^+ + \text{ClO}_3^- + 5\text{e}^- \rightarrow \frac{1}{2}\text{Cl}_2(\text{g}) + 3\text{H}_2\text{O}$	1.47	$\text{ClO}_3^- + 3\text{H}_2\text{O} + 6\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + 6\text{OH}^-$	0.63
Perklorat	$8\text{H}^+ + \text{ClO}_4^- + 7\text{e}^- \rightarrow \frac{1}{2}\text{Cl}_2(\text{g}) + 4\text{H}_2\text{O}$	1.42	$\text{ClO}_4^- + 4\text{H}_2\text{O} + 8\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + 8\text{OH}^-$	0.56



Gambar 2.1 Diagram Pourbaix dari Hipoklorit

2.2 Pengukuran Hipoklorit

2.2.1. Metode Spektrofotometri

Hussain et al. (1970) melaporkan 2 prosedur spektrofotometri untuk pengukuran hipoklorit secara kuantitatif. Salah-satu metode tersebut didasarkan pada pengukuran absorbansi dari OCl^- dalam media larutan alkali. Metode yang lain berdasarkan reaksi antara OCl^- dengan NH_3 didalam larutan alkali untuk membentuk kloroamina, dimana metode ini mempunyai molar absorptivitas yang tinggi. Hasil dari penelitian ini dibandingkan dengan prosedur titrimetri menggunakan NF XII.

Han et al. (1998) mengembangkan metode spektrofotometri yang sederhana untuk deteksi kuantitatif hipoklorit atau asam hipoklorit. Sample hipoklorit atau asam hipoklorit mula-mula diinkubasi menggunakan tris(2-carboxyethyl)phosphine (TCEP) berlebih. Residu TCEP kemudian diukur sebagai 2-nitro-5-thiobenzoate yang diproduksi setelah

bereaksi dengan 5,5'-dithiobis(2-nitrobenzoic acid). Konsentrasi OCl^- atau HOCl sebanding dengan penurunan konsentrasi TCEP karena satu mol TCEP dengan cepat dan ireversibel teroksidasi menjadi TCEP oksida dengan satu mol OCl^- atau HOCl . Metode ini lebih sensitif dan mudah daripada prosedur standar pengukuran NaOCl yang melibatkan reaksi dengan KI , diikuti oleh titrasi triiodida dengan tiosulfat.

Chiswell dan O'Halloran (1991) melaporkan penggunaan acid yellow 17 sebagai reagen spektrofotometri untuk pengukuran sejumlah kecil residu klorin bebas. Deteksi limit dari klorin bebas sebesar 50 ppm, dan kurva kalibrasi menunjukkan linear keatas hingga 1 ppm. Siklik voltametri digunakan juga untuk menjelaskan data dari prosedur spektrofotometri.

Tian dan Dasgupta (2000) menjelaskan tentang metode injeksi alir untuk penentuan simultan ion hidroksida, klorida, hipoklorit dan klorat yang ada diefluen sel kloralkali dalam konsentrasi mulai dari milimolar ke molar. Pada penelitian ini pengukuran hipoklorit dan klorat juga menggunakan kolorimetri dan iodometri sebagai metodenya.

Narayana et al. (2004) melaporkan penggunaan azure B sebagai reagen untuk penentuan hipoklorit menggunakan spektrofotometri sederhana. Metode ini didasarkan pada reaksi hipoklorit dengan kalium iodida dalam media asam untuk membebaskan iodin. Pemutihan warna biru dari azure B yang diakibatkan ion iodin yang dibebaskan adalah dasar pengukurannya dimana serapan maksimumnya pada panjang gelombang 644 nm. Data dari penelitian ini sesuai dengan hukum Beer dimana konsentrasi hipoklorit pada range 0,2-1,0 ppm dalam volume akhir 10 ml. Absorptivitas molar dan sensitivitas Sandell masing-masing $1,49 \times 10^4 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ dan $3,25 \times 10^{-4} \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$.

Bunikiene dan Ramanauskus (1971) melaporkan penggunaan spektrofotometri yang berdasarkan reaksi oksidasi dari OCl^- dengan I^- untuk mendeteksi sejumlah kecil dari OCl^- . Selanjutnya produk dari reaksi oksidasi dari OCl^- dengan I^- ditambahkan pewarna brilliant green dan diukur absorbansi

perubahan warna dari larutan brilliant green. Reagen yang digunakan ditambahkan media asam (HCl 7 M) dengan penambahan NaOAc atau buffer universal lalu absorbansi diukur pada panjang gelombang 628 atau 684 nm. Absorbansi sebanding dengan konsentrasi OCl^- pada range 0,04-1,60 ppm. Sensitivitas dari metode ini adalah 0,02-0,05 ppm OCl^- .

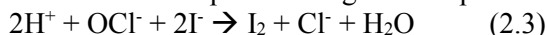
Narayana et al. (2005) melaporkan penggunaan thionin sebagai reagen untuk penentuan hipoklorit menggunakan spektrofotometri sederhana. Metode ini didasarkan pada reaksi hipoklorit dengan kalium iodida dalam media asam untuk membebaskan iodin. Efek pemutihan pada warna violet dari thionin yang diakibatkan ion iodin yang dibebaskan adalah dasar pengukurannya dimana serapan maksimumnya pada panjang gelombang 600 nm. Data dari penelitian ini sesuai dengan hukum Beer dimana konsentrasi hipoklorit pada range 0,2-1,2 ppm. Absorptivitas molar, sensitivitas Sandell, limit deteksi dan limit kuantitatif masing-masing $1,489 \times 10^4 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$; $3,25 \times 10^{-4} \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$; $0,1026 \mu\text{g}.\text{mL}^{-1}$ dan $0,3112 \mu\text{g}.\text{mL}^{-1}$.

2.2.2 Metode Iodometri dan Spektrofotometri dengan Rhodamin B

Jumlah ion hipoklorit dalam sampel pemutih dapat ditentukan dengan mencari tahu berapa banyak iodin (I_2) yang dapat dihasilkan oleh pengoksidasian ion iodida (I^-) dengan ion hipoklorit. Jumlah iodin yang dihasilkan kemudian diukur dengan titrasi natrium tiosulfat, yang mengubah warna kuning iodin kembali ke iodida yang tidak berwarna.

Persamaan reaksinya sebagai berikut:

Oksidasi ion iodida terhadap iodin dengan ion hipoklorit:

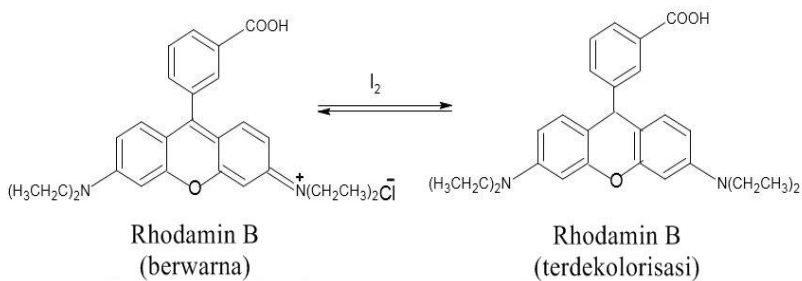
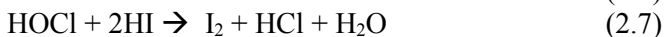


Titrasi iodin dengan tiosulfat:



Uraian diatas menerangkan tentang konsep iodometri yang biasanya dilakukan untuk mengukur ion hipoklorit menggunakan titrasi (Pasha, 2008).

Pasha dan Narayana, (2007) juga melaporkan hal yang sama dengan menggunakan konsep iodometri, peneliti dapat menentukan seberapa banyak ion hipoklorit dalam sampel. Namun, pada penelitiannya juga digunakan metode spektrofotometri yang menggunakan Rhodamin B sebagai pewarnanya. Reaksi pada penelitian ini sama dengan konsep iodometri dimana ion hipoklorit bereaksi dengan kalium iodide pada media asam sehingga dihasilkan ion iodin. Ion iodin inilah yang nantinya memudahkan warna merah muda dari Rhodamin B yang dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 533 nm. Peneliti mendapatkan data yang sesuai dengan hukum Beer sehingga didapatkan kurva kalibrasi yang naik dengan range ion hipoklorit yang dapat diukur sebesar 0,1-4 ppm. Absorptivitas molar, sandell sensitivitas, limit deteksi dan limit kuantitatif dari metode ini sebesar $2,57 \times 10^5 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$; $2,01 \times 10^{-3} \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$; $0,070 \mu\text{g}.\text{mL}^{-1}$ dan $0,212 \mu\text{g}.\text{mL}^{-1}$. Mekanisme reaksi sebagai berikut:



Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dan KI

2.3 Sensitivitas dengan Metode Spektrofotometri

Sensitivitas sering disebut sebagai absorbtivitas molar (ϵ , $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$) dari kompleks ligan logam. Sensitivitas sangat penting untuk pengukuran secara spektrofotometri dari *trace metal* (Barney, 1967). Perhitungan dari molar absorptivitas merupakan panjang gelombang maximum absorbansi dari larutan yang berwarna, dimana perhitungannya sebagai:

$$\epsilon = \frac{A}{c.l} \quad (2.1)$$

Keterangan:

ϵ = Absorbtivitas molar ($\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$)

c = Konsentrasi (mol.L^{-1})

l = Panjang kuvet (cm)

Sensitivitas bergantung pada sinar monokromatik dari suatu radiasi. Dengan adanya sinar monokromatik pada bandwidth yang sangat dekat dengan λ max, maka molar absorbtivitas dapat diperoleh (Barney, 1967)

Savvin (1979) menerangkan tentang hubungan antara sensitivitas dan molar absorbtivitas, dimana dapat dikategorikan sebagai:

Sensitivitas rendah $\epsilon < 2 \times 10^4$, $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$

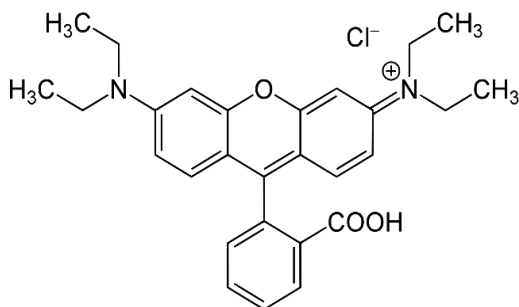
Sensitivitas menengah $\epsilon = 2-6 \times 10^4$, $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$

Sensitivitas tinggi $\epsilon > 6 \times 10^4$, $\text{L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$

Zhu et al. (2014) melaporkan dalam penelitiannya mengenai uji sensitivitas dan selektivitas Probe 1 untuk mendeteksi adanya hipoklorit menggunakan metode spektrofotometri. Penelitian ini melaporkan nilai molar absorbtivitas dari probe 1 sebesar $4,05 \pm 0,01 \times 10^4 \text{ M}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ($n=5$) dalam mendeteksi adanya hipoklorit. Probe 1 merupakan senyawa hasil sintesis yang mempunyai warna merah muda yang dapat mendeteksi hipoklorit saat dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometri uv-vis. Probe 1 akan terdecolorisasi warnanya menjadi lebih pudar dan semakin bening saat penambahan hipoklorit. Spektra probe 1 juga

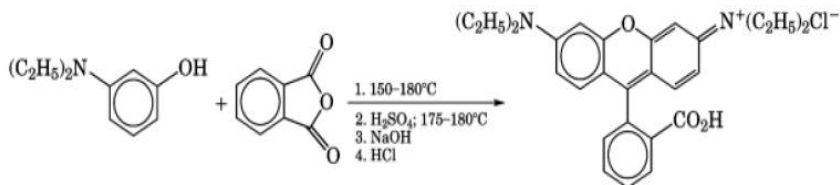
menunjukkan grafik absorbansi yang turun sebanding dengan penambahan konsentrasi hipoklorit sehingga menghasilkan grafik linear $y = -0,0017x + 0,214$, dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9898$. Penurunan absorbansi tersebut menunjukkan probe 1 sensitif terhadap hipoklorit. Hal tersebut diatas juga menjadikan Probe 1 sebagai senyawa kolorimetri yang dapat mendeteksi hipoklorit secara kuantitatif.

2.4 Rhodamin B



Gambar 2.3 Struktur Molekul Rhodamin B

Rhodamin B merupakan zat pewarna sintetik berbentuk serbuk kristal berwarna hijau kemerahan. Dalam bentuk larutan dengan konsentrasi tinggi berwarna merah, dalam konsentrasi rendah berwarna merah muda. Rhodamin B merupakan pewarna *Xanthene*, yang termasuk ke dalam derivatif *Triphenylmethane*, yang mempunyai turunan *Amino-Derivatives* sehingga lebih spesifik termasuk kedalam golongan *Amino-Xanthane*. *Amino-Xanthane* ini terbagi menjadi tiga golongan yaitu *Rhodamine*, *Rosamine* dan *Saccharein*, dimana Rhodamin B termasuk ke dalam golongan *Rhodamine*. Rhodamin B dapat disintesis melalui reaksi dua mol *m*-diethylaminophenol dengan anhidrida ftalat (Wight, 2000). Sintesis Rhodamin B sebagai berikut:



Gambar 2.4 Reaksi Sintesis Rhodamin B

Rhodamine B memiliki berbagai nama lain, yaitu: Tetra ethyl rhodamin, Rheonine B, D & C Red No. 19, C.I. Basic Violet 10, C.I. No 45179, Food Red 15, ADC Rhodamine B, Aizan Rhodamone dan Brilliant Pink B. Sedangkan nama kimia secara IUPAC adalah N-[9-(carboxyphenyl)-6-(diethylamino)-3H-xanten-3-ylidene]-N-ethylethanaminium clorida. Rumus molekul dari rhodamine B adalah $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$ dengan berat molekul sebesar 479 g/mol. Rhodamin B sangat larut dalam air yang akan menghasilkan warna merah dan berfluorensi kuat.

Rhodamin B banyak digunakan sebagai pewarna kertas dan pigmen. Rhodamin B juga sering digunakan untuk pewarna wol dan sutra dengan efek fluoresen. Banyak kegunaan baru Rhodamin B seperti bahan tambahan untuk pembuatan disk video, perekaman optik untuk penyimpanan data pada computer, untuk resin sebagai bahan tambahan pembuatan PVC, bahan tambahan membentuk polyester untuk menghasilkan lembaran polimer berwarna dan untuk pewarna laser pada *ink-jet printing* (Wight, 2000).

2.5 Metode Spektrofotometri Ultraviolet-Visibel (UV-Vis)

Spektrofotometri UV-Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380) dan sinar tampak (380-780) dengan memakai instrumen spektrofotometer (Mulja dan Suharman, 1995). Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis,

sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif ketimbang kualitatif (Mulja dan Suharman, 1995).

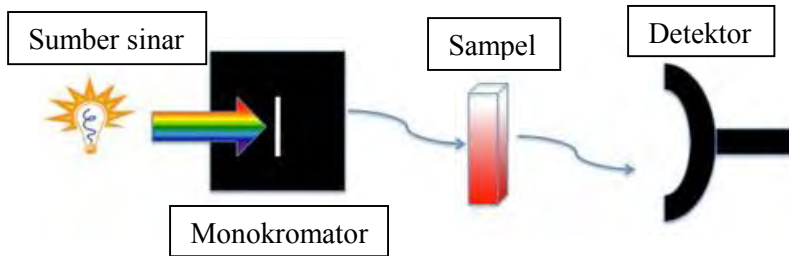
Dasar dari metode spektrofotometri adalah hubungan sederhana antara substansi warna dan struktur elektronik. Sebuah molekul atau ion menyerap intensitas cahaya di daerah sinar tampak atau ultra violet ketika sinar radiasi menyebabkan transisi elektronik dalam molekul yang mengandung satu atau lebih kelompok kromofor. Warna dari sebuah molekul dapat ditingkatkan dengan substansi yang disebut grup auxokrom, sedangkan pergantian absorpsi maximum terhadap panjang gelombang yang lebih panjang disebut pergeseran bathokromik. Penerapan kuantitatif metode absorpsi didasarkan pada kenyataan bahwa jumlah foton yang diserap berbanding lurus dengan jumlah/konsentrasi atom, ion atau molekul (Blaedel et al., 1964).

Spektrofotometer terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditranmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blangko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blangko ataupun pembandingan (Khopkar, 1990).

Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:

1. Sumber tenaga radiasi yang stabil, sumber yang biasa digunakan adalah lampu wolfram.
2. Monokromator untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis.
3. Sel absorpsi, pada pengukuran di daerah visibel menggunakan kuvet kaca atau kuvet kaca corex, tetapi untuk pengukuran pada UV menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini.
4. Detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat. Peranan detektor penerima adalah memberikan respon

terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar, 1990).



Gambar 2.5 Ilustrasi Spektrofotometer UV-Vis (Yanuar, 2015)

Urutan kejadian dalam spektrofotometer adalah sebagai berikut:

- i) Sumber cahaya bersinar melalui sampel.
- ii) Sampel menyerap cahaya.
- iii) Detektor mendeteksi seberapa banyak cahaya yang diserap oleh sampel.
- iv) Detektor kemudian mengubah seberapa banyak cahaya yang diserap oleh sampel ke dalam data numerik.
- v) Data numerik dari detector ditransmisikan ke komputer untuk dimanipulasi lebih lanjut misalnya kurva kalibrasi dll (Blaedel et al., 1964).

Persyaratan sampel dapat dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis yaitu:

1. Bahan mempunyai gugus kromofor
 2. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor tetapi berwarna
 3. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor dan tidak berwarna maka ditambahkan pereaksi warna (Vis)
 4. Bahan tidak mempunyai gugus kromofor dibuat turunannya yang mempunyai gugus kromofor (UV)
- (Harmita, 2006)

2.6 Validasi Metode

2.6.1 Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogeny (Harmita, 2004). Presisi dapat diukur sebagai Standar Deviasi atau Simpangan Baku sebagai berikut:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (x - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.2)$$

Keterangan:

s = Presisi atau Standar deviasi

x_i = Data ke-i

\bar{x} = Rataan hitung

n = Jumlah data

2.6.2 Limit Deteksi

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Limit deteksi merupakan parameter uji batas yang cara penetuannya berbeda-beda tergantung pada metode analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat (Harmita, 2004). Pada analisis instrumen limit deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku atau standar deviasi respon blangko dan dapat dihitung dengan formula di bawah ini:

$$D_L = \frac{3,3 \cdot \sigma}{s} \quad (2.3)$$

Keterangan:

σ = Standar deviasi atau Simpangan baku blanko

S = Slope dari kurva kalibrasi

2.6.3 Limit Kuantitasi

Limit kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004). Limit kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi, dimana perhitungannya sebagai berikut:

$$Q_L = \frac{10 \cdot \sigma}{S} \quad (2.4)$$

Keterangan:

σ = Standar deviasi atau Simpangan baku blanko

S = Slope dari kurva kalibrasi

2.6.4 Uji t

Uji t digunakan untuk mengetahui pengaruh dari 2 variabel yang berbeda yang nilainya dihasilkan dari eksperimen. Uji t biasanya digunakan untuk mengetahui pengaruh antara keterikatan sumbu x dan y pada kurva standar atau kurva kalibrasi. Persamaan untuk menghitung nilai t hitung sebagai berikut:

$$t_{hitung} = \frac{|r| \sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \quad (2.5)$$

Keterangan:

n = Jumlah data

r = Akar dari koefisien korelasi (r^2)

Nilai t hitung ini akan dibandingkan dengan nilai t tabel, jika t hitung $>$ t tabel maka hipotesis H_0 ditolak dengan $H_0: \mu_1 \neq \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 = \mu_2$

2.6.5 Uji F

Uji F digunakan untuk membandingkan presisi dari dua set data dari 2 metode analitik yang berbeda yang dihitung dari persamaan sebagai berikut:

$$F = \frac{S_A^2}{S_B^2} \quad (2.6)$$

Keterangan:

S_A = Standar deviasi sampel A

S_B = Standar deviasi sampel B

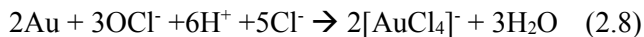
Nilai lebih besar dari s selalu digunakan sebagai pembilang sehingga nilai F adalah selalu lebih besar daripada satu. Nilai yang diperoleh untuk F kemudian diperiksa untuk signifikansi terhadap nilai-nilai di F -tabel dihitung dari F -distribusi disesuaikan dengan jumlah derajat kebebasan untuk dua set data (Jeffery et al., 2000).

2.7 Pelindian Emas dengan Larutan Hipoklorit/Klorida

Pelindian Emas biasanya banyak dilakukan dengan menggunakan metode hidrometalurgi. Metode Hidrometalurgi yang banyak digunakan untuk pelindian emas adalah pelindian menggunakan larutan sianida (sianidasi) dan larutan merkuri (amalgamasi), namun dari hasil penelitian yang dilakukan untuk mengkaji metode tersebut, ternyata kedua larutan tersebut menghasilkan residu yang tidak ramah lingkungan, disamping itu hasil recovery ekstraksi batuan emas masih belum efektif karena masih menghasilkan bijih emas dengan kualitas yang rendah (*low grade*) (Hasab et al., 2014). Oleh karena itu banyak penelitian

dilakukan untuk menggantikan metode sianidasi dan amalgamasi untuk pelindian emas.

Hasab et al. (2014) melaporkan larutan hipoklorit yang dicampur dengan ion klorida dipelajari kinerjanya untuk ekstraksi emas dengan harapan dapat menggantikan larutan sianida dan merkuri sebagai agen pereaksi. Puvvada dan Murthy (2000) menjelaskan beberapa pertimbangan penggunaan larutan hipoklorit dan ion klorida antara lain lebih bersifat ramah lingkungan dan lebih ekonomis jika dibandingkan dengan larutan sianida dan logam merkuri. Beberapa penelitian menyebutkan salah satu pelarut yang bias digunakan pada proses pelindian emas yaitu larutan NaOCl (Puvvada dan Murthy, 2000), HOCl (Baghalha, 2007) dan Ca(OCl)₂ (Hasab et al., 2014). Pereaksi-pereaksi diatas apabila didalam air akan membentuk ion hipoklorit yang bersifat sebagai oksidator kuat. Reaksi pelindian emas dengan ion hipoklorit/klorida sebagai berikut:



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain botol larutan, gelas beker, labu ukur, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, pro pipet, spatula, corong, kuvet, dan neraca analitik. Instrumen yang digunakan untuk analisis adalah spektrofotometer ultraviolet-sinar tampak (UV-VIS) Merk Genesys 10S UV-Vis Spektrofotometer di Laboratorium Kimia-FMIPA ITS.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain aquademin, HCl 37% (Merck), Rhodamin B (Merck), NaOCl 12%, KI (Merck), buffer pH=4, pH universal (Merck).

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Uji Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B

NaOCl 10^{-2} M dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 2 mL HCl 10^{-3} M lalu dikocok. Kemudian Rhodamin B 10^{-5} M ditambahkan 5 mL dan ditambah aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 5 menit. Setelah itu larutan dimasukan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah aquademin. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 5×10^{-3} M, 10^{-3} M, 5×10^{-4} M, 10^{-4} M 5×10^{-5} M dan 10^{-5} M.

3.2.2 Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

A. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

NaOCl 50 ppm dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 1 mL HCl 2 M lalu dikocok. Kemudian Rhodamin B 0,05% ditambahkan 0,5 mL dan ditambah aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 2 menit.

Setelah itu larutan dimasukan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah semua reagen selain NaOCl. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm.

B. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + KI

NaOCl 50 ppm dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1 mL HCl 2 M dan 1 mL KI 2% lalu dikocok. Kemudian ditambahkan 0,5 mL Rhodamin B 0,05% dan ditambah aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 2 menit. Setelah itu larutan dimasukan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis, blanko yang digunakan adalah semua reagen selain NaOCl. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm.

C. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + Buffer

NaOCl 50 ppm dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan 1 mL HCl 2 M lalu dikocok. Kemudian Rhodamin B 0,05% ditambahkan 0,5 mL dan ditambahkan 2 mL buffer pH 4 lalu ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 2 menit. Setelah itu larutan dimasukan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometri UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah semua reagen selain NaOCl. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm.

D. Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + KI + Buffer

NaOCl 50 ppm dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL, lalu ditambahkan 1 mL HCl 2 M dan 1 mL KI 2% lalu dikocok. Kemudian Rhodamin B 0,05% ditambahkan 0,5 mL dan ditambahkan 2 mL buffer pH 4 lalu ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 2 menit. Setelah itu larutan dimasukan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometri UV-Vis. Blanko yang

digunakan adalah semua reagen selain NaOCl. Hal yang sama dilakukan untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm.

3.2.4 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kinetika Reaksi

NaOCl 10^{-2} M dimasukkan 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 2 mL HCl 10^{-3} M lalu dikocok. Kemudian Rhodamin B 10^{-5} M ditambahkan 5 mL dan ditambah aquademin hingga tanda batas. Kemudian dikocok dan ditunggu 5 menit. Setelah itu larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah aquademin. Kemudian diukur lagi absorbansi setiap 5 menit selama 30 menit untuk semua variasi konsentrasi NaOCl 5×10^{-3} M, 10^{-3} M, 5×10^{-4} M, 10^{-4} M 5×10^{-5} M dan 10^{-5} M.

3.2.5 Pengaruh pH

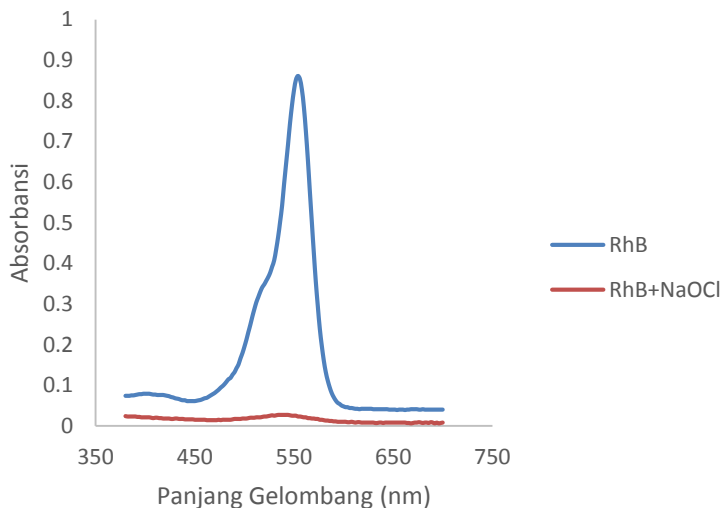
PH diatur dengan menambahkan NaOCl dan HCl dengan konsentrasi yang berbeda-beda pada labu ukur 10 mL hingga rentang pH 1 sampai pH 11 lalu ditambahkan 0,5 mL Rhodamin B 0,05%. Setelah itu larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur absorbansi dengan spektrofotometri UV-Vis. Blanko yang digunakan adalah 0,05% Rhodamin B 0,5 mL dan ditambah aquademin hingga tanda batas.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

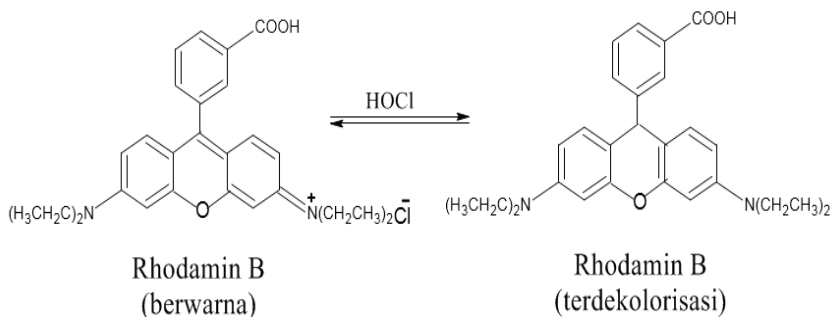
4.1 Pengaruh Konsentrasi Hipoklorit terhadap Rhodamin B

Spektra UV-Vis pada Gambar 4.1 menunjukkan panjang gelombang maksimum dari Rhodamin B sebesar 554 nm. Terlihat pada spektra tersebut terjadi penurunan absorbansi pada spektra Rhodamin B karena adanya penambahan ion hipoklorit pada larutan Rhodamin B. Hal tersebut menandakan adanya pengaruh ion hipoklorit terhadap Rhodamin B. Ion hipoklorit merupakan agen pengoksidasi (oksidator) sehingga Rhodamin B terdecolorisasi akibat teroksidasi oleh ion hipoklorit.

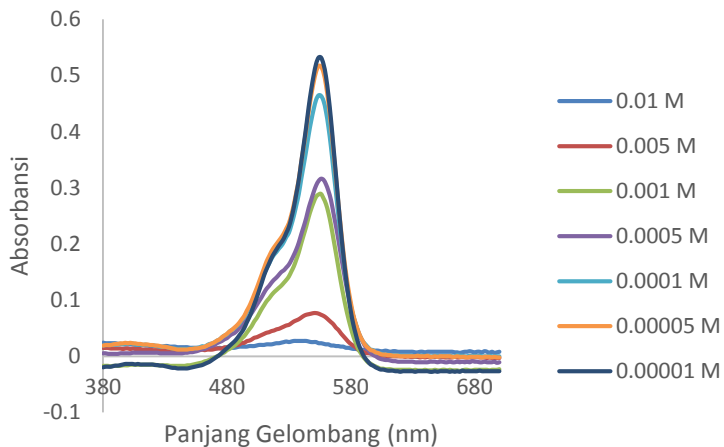


Gambar 4.1 Spektra Rhodamin B dan Rhodamin B + NaOCl

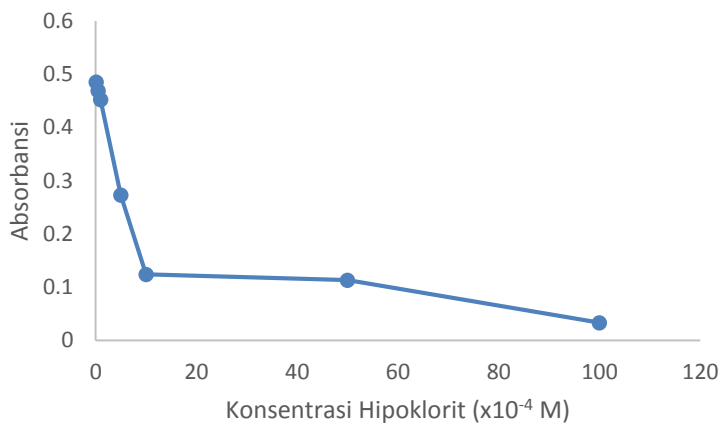
Oleh karena itu, pada dasarnya hal inilah yang mengganggu pembacaan absorbansi uji kuantitatif fasa air hasil pelindian emas dengan Rhodamin B. Rhodamin B yang pudar dari merah menjadi merah muda pada fasa air dikarenakan ion hipoklorit sisa pelindian mengoksidasi Rhodamin B sehingga terjadi reaksi oksidasi-reduksi (redoks) diantara Rhodamin B dan ion hipoklorit, dimana persamaan reaksi (4.1) dan Gambar 4.2 menunjukan reaksi yang diusulkan terjadinya pengoksidasian Rhodamin B oleh ion hipoklorit. Untuk itu telah dilakukan uji pengaruh peningkatan konsentrasi hipoklorit terhadap Rhodamin B yang ditunjukan oleh Gambar 4.3 dan Gambar 4.4.



Gambar 4.2 Reaksi yang diusulkan Rhodamin B teroksidasi oleh hipoklorit

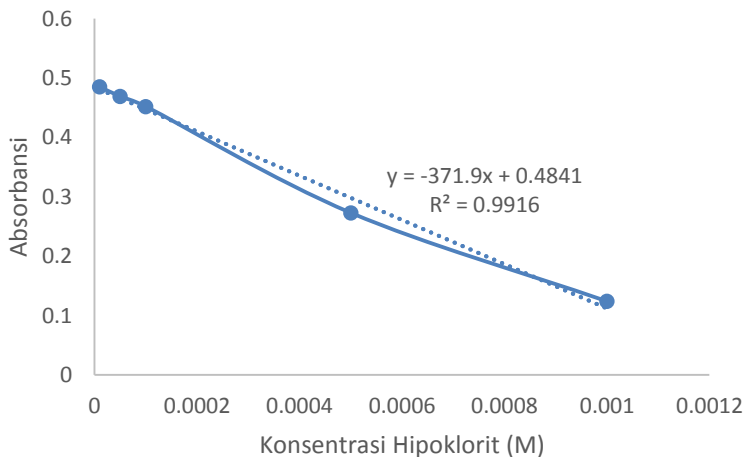


Gambar 4.3 Spektra Rhodamin B (10^{-5} M) pada variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5} M).



Gambar 4.4 Perubahan absorbansi Rhodamin B pada variasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5} M)

Spektra Rhodamin B pada Gambar 4.3 menunjukkan penambahan ion hipoklorit (OCl^-) secara kontinu pada larutan Rhodamin B menghasilkan penurunan absorbansi yang bertahap yang membuktikan bahwa Rhodamin B sensitif terhadap ion hipoklorit. Gambar 4.4 merupakan grafik absorbansi Rhodamin B sisa yang menurun sebanding dengan konsentrasi hipoklorit. Disebut Rhodamin B sisa karena ion hipoklorit mengoksidasi larutan Rhodamin B yang terdapat konsentrasi NaOCl yang menjadi donor ion hipoklorit. Gambar 4.4 menunjukkan grafik fungsi absorbansi Rhodamin B terhadap konsentrasi hipoklorit pada dasarnya tidak menghasilkan garis yang linear sehingga diambil 5 titik yang mempunyai linearitas untuk mengetahui sensitivitas dari Rhodamin B terhadap hipoklorit yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 dibawah ini:

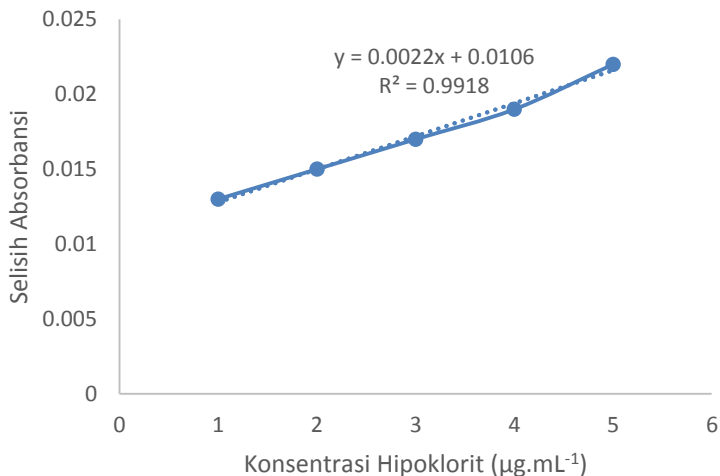


Gambar 4.5 Kurva intensitas absorpsi Rhodamin B (10^{-5}M) Vs penambahan konsentrasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5}M)

Terdapat linearitas antara absorbansi dan konsentrasi dari OCl^- pada rentang 10^2 - 10^{-5}M dan persamaan linearnya adalah $y = -371,9x + 0,4841$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,992$ (Gambar 4.5). Hasil di atas membuktikan bahwa Rhodamin B dapat mendeteksi OCl^- secara kuantitatif dengan nilai sensitivitas = -371,9. Oleh karena itu, Rhodamin B dapat digunakan untuk mengukur hipoklorit menggunakan metode spektrofotometri. Hal yang sama telah dilakukan oleh Pasha dan Narayana (2007) yang melaporkan penggunaan Rhodamin B untuk mengukur hipoklorit menggunakan metode spektrofotometri. Namun, penelitian tersebut menggunakan penambahan reagen KI dan buffer.

4.2 Pengukuran Hipoklorit menggunakan Rhodamin B

Hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B ditunjukkan pada Gambar 4.6 dimana didapatkan garis linear ke atas pada kurva kalibrasi yang memplotkan selisih absorbansi terhadap konsentrasi hipoklorit. Koefisien korelasi ($n=5$) dan molar absorptivitas (slope) yang didapatkan masing-masing 0,992 dan 0,002. Limit deteksi ($D_L = 3,3\sigma/s$) dan Limit Kuantitasi ($Q_L = 10\sigma/s$) [dimana σ merupakan standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$) dan s adalah slope dari kurva kalibrasi] untuk pengukuran hipoklorit masing-masing $0,949 \mu\text{g.mL}^{-1}$ dan $2,875 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Uji t menghasilkan t_{hitung} sebesar 19,16, hasil ini dibandingkan dengan t_{tabel} . Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan kritis sebaran t yaitu 2,77 dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 \neq \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 = \mu_2$. Nilai $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$, maka hipotesis H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.



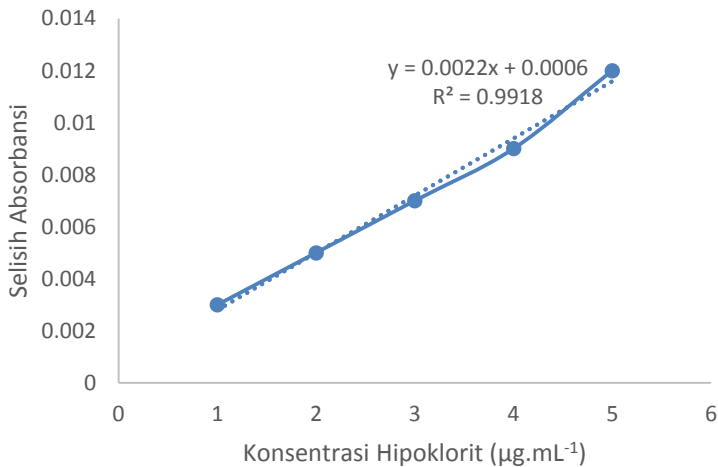
Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi hipoklorit (1-5 µg.mL⁻¹) menggunakan Rhodamin B

Hasil pengukuran hipoklorit dengan menggunakan Rhodamin B telah dibandingkan dengan menggunakan Uji F terhadap hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B ditambahkan KI, Rhodamin B ditambah Buffer pH 4, dan Rhodamin B ditambahkan KI dan Buffer pH 4 pada sub bab berikutnya. Reaksi dari pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B sama dengan persamaan reaksi (4.1) dan reaksi yang diusulkan pada Gambar 4.2 pada sub bab sebelumnya (Bab 4.1).

4.3 Pengukuran Hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan KI

Hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan reagen KI ditunjukkan pada Gambar 4.7 dimana didapatkan garis linear ke atas pada kurva kalibrasi yang memplotkan selisih

absorbansi terhadap konsentrasi hipoklorit. Koefisien korelasi ($n=5$) dan molar absorptivitas (slope) yang didapatkan masing-masing 0,992 dan 0,002. Limit deteksi ($D_L = 3,3\sigma/s$) dan Limit Kuantitasi ($Q_L = 10\sigma/s$) [dimana σ merupakan standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$) dan s adalah slope dari kurva kalibrasi] untuk pengukuran hipoklorit masing-masing $0,948 \mu\text{g.mL}^{-1}$ dan $2,874 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Uji t menghasilkan t_{hitung} sebesar 19,16, hasil ini dibandingkan dengan t_{tabel} . Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan kritis sebaran t yaitu 2,77 dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 \neq \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 = \mu_2$. Nilai $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$, maka hipotesis H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.



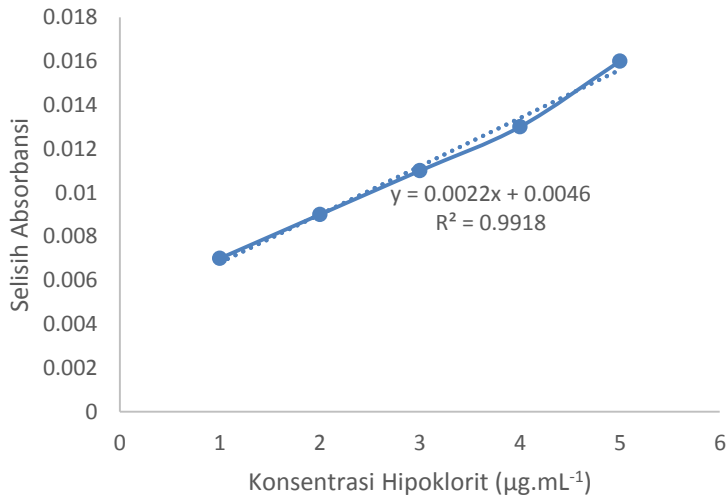
Gambar 4.7 Kurva Kalibrasi hipoklorit ($1-5 \mu\text{g.mL}^{-1}$) menggunakan Rhodamin B dengan KI

Uji F dilakukan untuk membandingkan pengaruh reagen KI dan tanpa reagen KI pada pengukuran hipoklorit dengan

Rhodamin B (Gambar 4.6 dan 4.7). Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 1 sedangkan F_{tabel} (kritis sebaran F) sebesar 6,39, dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 = \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 \neq \mu_2$. Nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka hipotesis H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kedua kurva sama, sehingga pengukuran menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan reagen KI terbukti bisa dilakukan untuk menghindari adanya pengaruh reagen KI pada uji kuantitatif hasil pelindian emas dengan hipoklorit. Reaksi yang terjadi antara ion hipoklorit dengan Rhodamin B dan KI sama dengan persamaan reaksi (2.5-2.7) dan reaksi pada Gambar 2.2

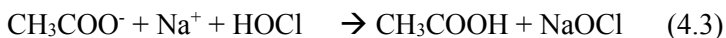
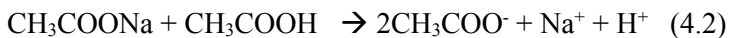
4.4 Pengukuran Hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan Buffer

Hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan penambahan buffer pH=4 ditunjukkan pada Gambar 4.8 dimana didapatkan garis linear ke atas pada kurva kalibrasi yang memplotkan selisih absorbansi terhadap konsentrasi hipoklorit. Koefisien korelasi ($n=5$) dan molar absorptivitas (slope) yang didapatkan masing-masing 0,992 dan 0,002. Limit deteksi ($D_L = 3,3\sigma/s$) dan Limit Kuantitasi ($Q_L = 10\sigma/s$) [dimana σ merupakan standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$) dan s adalah slope dari kurva kalibrasi] untuk pengukuran hipoklorit masing-masing $1,897 \mu\text{g.mL}^{-1}$ dan $5,750 \mu\text{g.mL}^{-1}$.



Gambar 4.8 Kurva kalibrasi hipoklorit (1-5 µg.mL⁻¹) menggunakan Rhoadamin B dengan buffer pH=4

Uji t menghasilkan t_{hitung} sebesar 19,16, hasil ini dibandingkan dengan t_{tabel} . Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan kritis sebaran t yaitu 2,77 dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 \neq \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 = \mu_2$. Nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$, maka hipotesis H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi. Reaksi yang terjadi sama dengan persamaan reaksi (4.1) dan reaksi yang diusulkan pada Gambar 4.2. Untuk persamaan reaksi penambahan reagen buffer sebagai berikut:

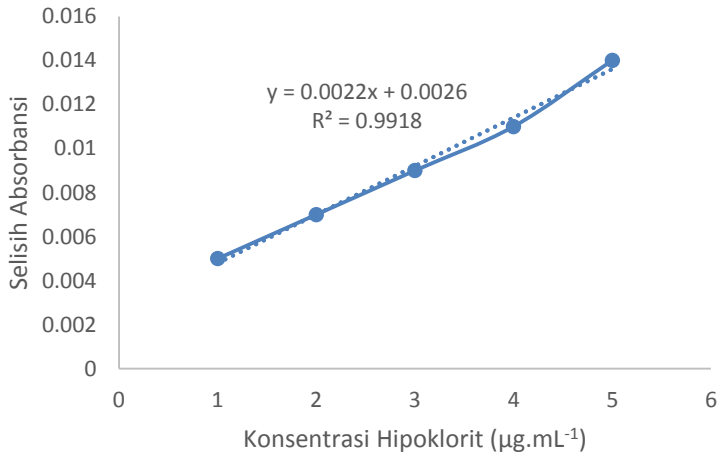


Uji F dilakukan untuk membandingkan pengaruh penambahan buffer dan tanpa buffer pada pengukuran hipoklorit dengan Rhodamin B (Gambar 4.6 dan 4.8). Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 1,41 sedangkan F_{tabel} (kritis sebaran F) sebesar 6,39, dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 = \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 \neq \mu_2$. Nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka hipotesis H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kedua kurva sama, sehingga pengukuran menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan buffer terbukti bisa dilakukan untuk menghindari adanya pengaruh buffer pada uji kuantitatif hasil pelindian emas dengan hipoklorit.

4.5 Pengukuran Hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan KI dan Buffer

Hasil pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dengan penambahan KI dan buffer ditunjukkan pada Gambar 4.9 dimana didapatkan garis linear ke atas pada kurva kalibrasi yang memplotkan selisih absorbansi terhadap konsentrasi hipoklorit. Koefisien korelasi ($n=5$) dan molar absorptivitas (slope) yang didapatkan masing-masing 0,992 dan 0,002. Limit deteksi ($D_L = 3,3\sigma/s$) dan Limit Kuantitasi ($Q_L = 10\sigma/s$) [dimana σ merupakan standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$) dan s adalah slope dari kurva kalibrasi] untuk pengukuran hipoklorit masing-masing $0,949 \mu\text{g.mL}^{-1}$ dan $2,875 \mu\text{g.mL}^{-1}$. Uji t menghasilkan t_{hitung} sebesar 19,16, hasil ini dibandingkan dengan t_{tabel} . Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan kritis sebaran t yaitu 2,77 dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 \neq \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 = \mu_2$. Nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$, maka

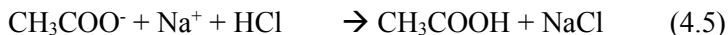
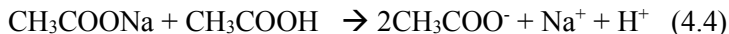
hipotesis H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.



Gambar 4.9 Kurva kalibrasi hipoklorit ($1\text{--}5 \mu\text{g.mL}^{-1}$) dengan reagen KI dan buffer pH=4

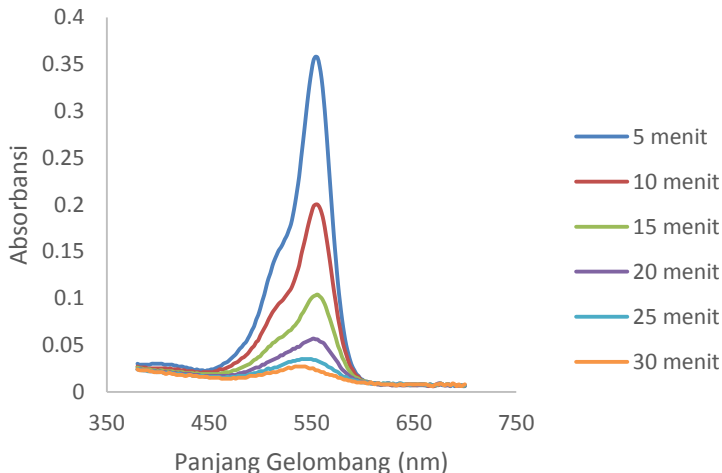
Uji F dilakukan untuk membandingkan pengaruh penambahan buffer dan tanpa buffer pada pengukuran hipoklorit dengan Rhodamin B (Gambar 4.6 dan 4.9). Berdasarkan uji pada microsoft excel didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 1,41 sedangkan F_{tabel} (kritis sebaran F) sebesar 6,39, dengan tingkat kepercayaan 95% dan derajat kebebasan (df) sama dengan 4, dengan $H_0: \mu_1 = \mu_2$ dan $H_1: \mu_1 \neq \mu_2$. Nilai $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$, maka hipotesis H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kedua kurva sama, sehingga pengukuran menggunakan Rhodamin B tanpa penambahan KI dan buffer terbukti bisa dilakukan untuk menghindari adanya pengaruh KI dan buffer pada uji kuantitatif hasil pelindian emas dengan hipoklorit. Reaksi yang terjadi sama

dengan persamaan reaksi (2.5-2.7) dan reaksi pada Gambar 2.2. Untuk persamaan reaksi penambahan reagen buffer seperti persamaan reaksi sebagai berikut:

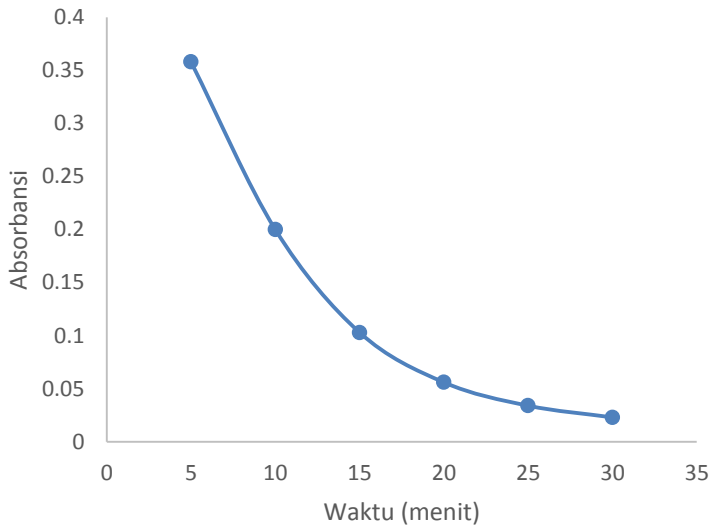


4.6 Pengaruh Waktu Reaksi

Penelitian tentang faktor waktu reaksi dilakukan dengan mencampurkan volume yang tetap dari Rhodamin B dan NaOCl dalam botol 25 mL. Kemudian selama berjalannya waktu reaksi 5 sampai 30 menit, sampel larutan dilakukan *scanning* UV-Vis pada jeda setiap 5 menit. Rangkaian spektra UV-Vis yang dikumpulkan selama 30 menit ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Spektra Rhodamin B sebagai fungsi waktu reaksi.



Gambar 4.11 Kurva absorbansi Rhodamin B (10^{-5}M) terhadap waktu reaksi pada konsentrasi NaOCl 10^{-2}M

Gambar 4.11 menunjukkan intensitas spektra absorpsi menurun dengan meningkatnya waktu reaksi. Hal tersebut membuktikan bahwa waktu reaksi mempengaruhi kinetika reaksi dari ion hipoklorit terhadap Rhodamin B yang dapat dirumuskan sebagai rumus integrasi kinetika reaksi untuk menentukan orde reaksi.

Berdasarkan kinetika reaksi penelitian ini, jumlah OCl^- yang berlebihan dalam campuran, mengakibatkan OCl^- dianggap konstan dalam reaksi campurannya. Oleh karena itu persamaan laju reaksinya dapat ditulis sebagai berikut:

$$\frac{-d(C_{RB(t)})}{dt} = k C_{RB(0)}^a \cdot C_{OCl}^b \quad (1)$$

$$\frac{-d(C_{RB(t)})}{dt} = k' \cdot C_{RB(0)}^a \quad (2)$$

Keterangan:

$C_{RB(0)}^a$ = Konsentrasi awal Rhodamin B dalam campuran reaksi

$C_{RB(t)}$ = Konsentrasi Rhodamin B pada waktu t

C_{OCl}^b = Konsentrasi dari OCl^-

k = Konsentrasi laju interinsik

dimana, k' merupakan suatu konstanta dari konstanta laju intrinsik dan konsentrasi dari OCl^- , sehingga nilai k' menjadi:

$$k' = k \cdot C_{OCl}^b \quad (3)$$

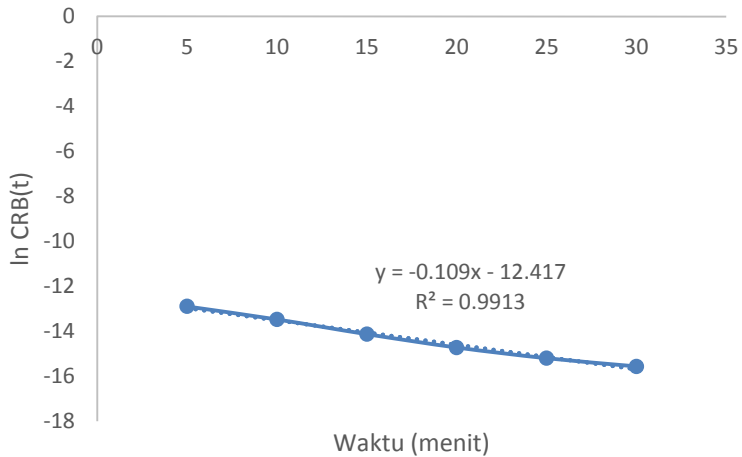
Keterangan:

k' = Konstanta

C_{OCl}^b = Konsentrasi dari OCl^-

k = Konsentrasi laju interinsik

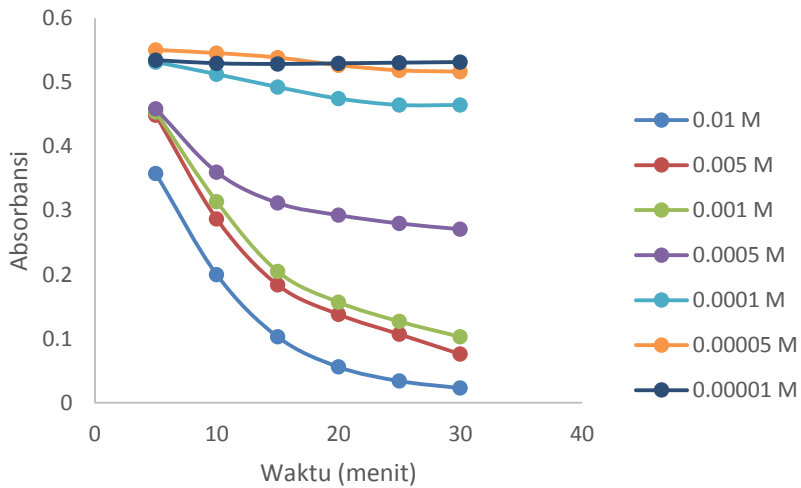
Kemudian data eksperimen diplotkan untuk menentukan orde kinetika reaksi dari penelitian ini, menghasilkan kurva pada Gambar 4.12. Dari data eksperimen tersebut didapatkan kurva linier pada orde pertama kinetika reaksi yang merupakan respon konsentrasi Rhodamin B terhadap ion hipoklorit, dimana persamaan linearnya $y = -0,109x - 12,417$ (koefisien korelasi $R^2 = 0,9913$).



Gambar 4.12 Kurva Orde Pertama Kinetika Reaksi

Penelitian ini juga menemukan bahwa selain absorbansi Rhodamin B menurun terhadap lamanya waktu reaksi juga terjadi penurunan absorbansi Rhodamin B (10^{-5}M) yang bertahap sesuai dengan peningkatan waktu reaksi pada penambahan hipoklorit secara kontinu (10^{-2} - 10^{-5}M) yang ditunjukkan pada Gambar 4.13.

Gambar 4.13 menunjukkan pada waktu 5 menit hingga 25 menit terjadi penurunan absorbansi yang relatif tajam pada hampir variasi konsentrasi hipoklorit, namun pada waktu 25-30 menit konsentrasi hipoklorit cenderung konstan yang dikarenakan konsentrasi OCl^- pada larutan sudah hampir habis sehingga tidak mengoksidasi Rhodamin B kembali.



Gambar 4.13 Grafik absorbansi Rhodamin B (10^{-5}M) terhadap waktu dengan penambahan konsentrasi NaOCl (10^{-2} - 10^{-5}M)

Dari Grafik di atas dapat dirumuskan pula kinetika reaksi dari penurunan absorbansi terhadap peningkatan waktu reaksi dan konsentrasi hipoklorit. Jika persamaan (2) diintegrasikan akan diperoleh persamaan (4) sebagai berikut:

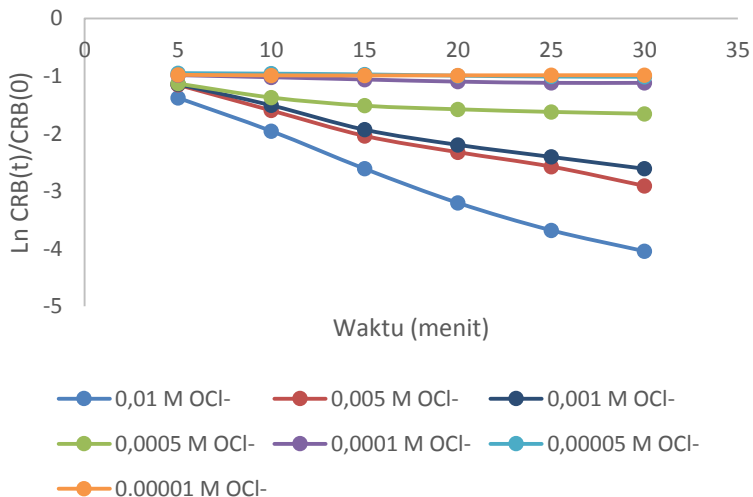
$$\ln \frac{C_{RB(t)}^1}{C_{RB(0)}^1} = -k't \quad (4)$$

Keterangan:

$C_{RB(0)}^1$ = Konsentrasi awal Rhodamin B dalam campuran reaksi

$C_{RB(t)}^1$ = Konsentrasi Rhodamin B pada waktu t .

Nilai k' diperoleh dari memplotkan $\ln \frac{C_{RB(t)}^1}{C_{RB(0)}^1}$ vs waktu reaksi. Gambar 4.14 menunjukkan bahwa hasil eksperimen yang didapat konsisten dengan orde pertama kinetika reaksi yang merespon Rhodamin B pada konsentrasi OCI^- yang berbeda-beda.

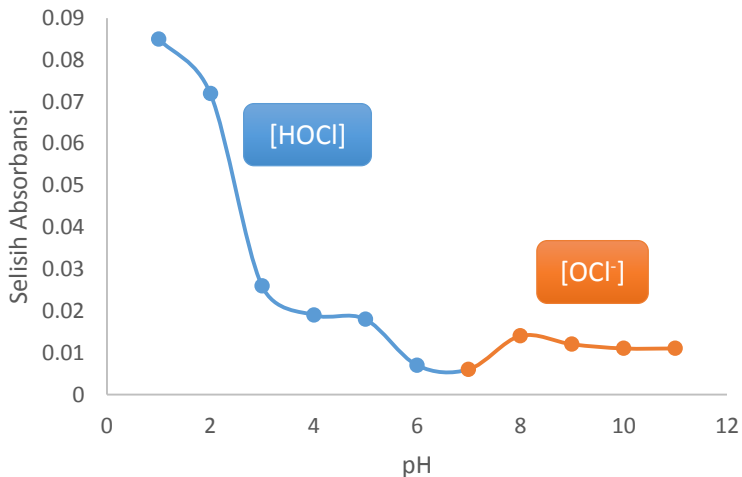


Gambar 4.14 Plot dari $\ln \frac{C_{RB(t)}^1}{C_{RB(0)}^1}$ dengan waktu reaksi pada variasi konsentrasi OCI^-

Gambar 4.14 diplot berdasarkan Gambar 4.13 yang dihitung nilai orde reaksinya dan diplotkan sebagai kurva $\ln \frac{C_{RB(t)}^1}{C_{RB(0)}^1}$ terhadap waktu reaksi. Dari Gambar 4.12 dan 4.14 yang menunjukkan respon Rhodamin B terhadap OCI^- dipengaruhi oleh orde pertama, hal ini menandakan bahwa konsentrasi Rhodamin B berbanding lurus terhadap waktu.

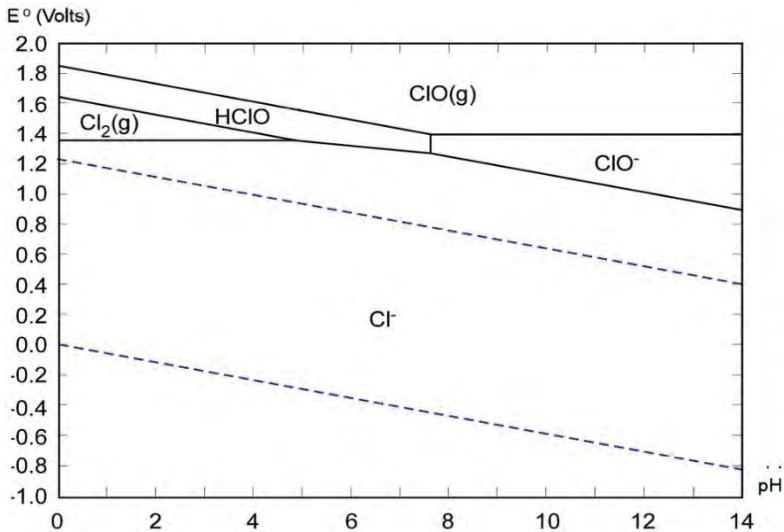
4.6 Pengaruh pH

Pengaruh pH terhadap reaksi reduksi-oksidasi (redoks) hipoklorit terhadap Rhodamin B telah dilakukan untuk mengetahui spesi dari hipoklorit yang mengoksidasi Rhodamin B. Gambar 4.15 menunjukkan peningkatan absorbansi pada pH 6 sampai pH 1, sedangkan pada pH 7 sampai pH 11 terjadi peningkatan yang kecil dan relatif konstan. Hal tersebut dikarenakan pada pH 1 sampai pH 6 spesi hipoklorit berubah menjadi HOCl yang mengoksidasi Rhodamin B, dimana menyebabkan konsentrasi Rhodamin B lebih terdecolorisasi akibat reaksi HOCl yang lebih cepat bereaksi, sehingga menyebabkan selisih absorbansi menjadi lebih besar pada pH 1 sampai pH 6 karena pendeteksian hipoklorit jauh lebih banyak terdeteksi karena hipoklorit lebih cepat bereaksi pada spesi HOCl dari pada spesi OCl^- .



Gambar 4.15 Grafik pengaruh pH terhadap spesi hipoklorit

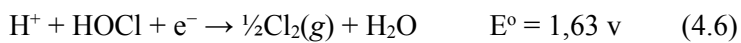
Hal tersebut dibuktikan dengan adanya diagram pourbaix pada Gambar 4.16 yang menunjukkan pada pH 7,5 sampai pH 1 spesi hipoklorit berubah menjadi HOCl dimana nilai E° reduksi standarnya meningkat daripada spesi OCl^- yang relatif konstan sehingga spesi HOCl lebih cepat bereaksi daripada OCl^- .



Gambar 4.16 Diagram Pourbaix dari hipoklorit

Berdasarkan Cotton et al. (1988) pada pH 1 sampai pH 6 spesi HOCl memiliki nilai E° reduksi standarnya jauh lebih besar pada pH asam daripada pH netral/basa yang ditunjukkan pada persamaan reaksi 4.4 dan 4.5. Oleh karena itu, pernyataan di atas dapat digunakan untuk membuktikan reaksi yang diusulkan bahwa spesi HOCl yang mengoksidasi Rhodamin B karena pH aktual pada larutan yang digunakan pada penelitian ini pada rentang pH 1 sampai pH 6.

Kondisi Asam:



Kondisi Basa:



DAFTAR PUSTAKA

- Baghalha, M., Khosravian G.H., and Mortaheb, H.R., (2009), "Kinetics of platinum extraction from spent reforming catalysts in aqua-regia solutions", *Hydrometallurgy*, vol.95, 247-253.
- Barney, J.E., (1967), "The meaning of "sensitivity" in trace analysis", *Talanta*, vol.14, 1363-1366.
- Blaedel, W. J., and Meloche, V. M, (1964), "Elementary Quantitative Analysis - Theory and Practice", 2nd Ed., Harper and Row, New York.
- Bunikiene, L., and Ramanauskas, E., *Chemical Technology*, (1970), vol.12, 57. Dari: Ref. Zh., *Khim.* 1971, Abstr. No. 9G122
- Carrismi, E., Pizzolato, T.M., Zoch, A., Mistura, C., Machado, E.L., Scheneider I.A.H., (2000), "Treatment of dye bearing effluents from brazilian agate industry", *Waste Treatment and Recycling*, vol.C12b, 9-13.
- Chiswell, B., O'Halloran, K.R., (1991), "Acid yellow 17 as a spectrophotometric reagent for the determination of low concentrations of residual free chlorine", *Analytica Chimica Acta*, vol.249, 519-524.
- Cotton, F.A and Wilkinson, G., (1988), *Advanced Inorganic Chemistry*, 5th edition, Wiley-Interscience, New York, 564.
- Han, J., Chu, T.C., Han, G., Browne, J., Brown, I., Han, P., (1998), "Spectrophotometric assay for hypochlorite/hypochlorous acid using tris(2-

carboxyethyl)phosphine, *Microchem Journal*, vol.58, 218-224.

Harmita, (2004), "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya", *Majalah Ilmu Kefarmasian*, vol.1, hal.119, 122.

Harmita, (2006), "Analisis Fisikokimia", Departemen Farmasi FMIPA, Universitas Indonesia, hal.115-132.

Hasab, M.G., Rashchi, F. and Raygan, S., (2014), "Chloride-hypochlorite leaching and hydrochloric acid washing in multi-stages for extraction of gold from a refractory concentrate", *Hydrometallurgy*, vol.142, 56-59.

Ho, C.H., Chen, L., Ho, Y.P., Yang, C.L., (2010), "Oxidative decomposition of reactive blue C.I 19 with sodium hypochlorite", *Environmental Engineering Science*, vol.27, 103-109.

Homick, R.P., and Sloan, H., (1976), *Gold Reclamation Process*, US Paten.

Hussain, A., Trudell, P., and Repta, A.J., (1970), "Quantitative spectrophotometric methods for determination of sodium hypochlorite in aqueous solution", *J. Pharm. Sci.*, vol.59, 1168.

Jeffery, G. H., Bassett, J., Mendham, J., and Denney, R.C., (2000), "Vogel's Text Book of Quantitative Chemical Analysis", 6th Ed.

Khopkar, S.M., (1990), "Konsep Dasar Kimia Analitik", UI-Press, hal.189, 194-196, Jakarta.

- Mulja, M., dan Suharman, (1995).“Analisis Instrumental”, Airlangga University Press, Surabaya.
- Nam, K.S., Jung, B.H., An, J.W., Ha, T.J., Tran, T. and Kim, M.J., (2008),“Use of chloride-hypochlorite leachants to recover gold from tailing”, *International Journal of Mineral Process*, vol.86, 131-140.
- Narayana, B., Mathew, M., Vipin, K.,and Sreekumar, N.V., (2004),”A facile spectrophotometric method for the determination of hypochlorite using azure B”, *Indian Journal of Chemistry*, vol.43A, 573-575.
- Narayana, B., Vipin, K., Mathew, M., and Sreekumar, N.V., Cherian, T., (2005),”An easy spectrophotometric method for the determination of hypochlorite using thionin”, *Journal of Analytical Chemistry*, vol.60, 706-709.
- Pasha, C. and Narayana, B., (2007),“A facile spectrophotometric method for the determination of hypochlorite using rhodamine b”, *J. Braz. Chem. Soc*, vol.18, 167-170.
- Pasha, C., (2008),”Studies on new reagents for the spectrophotometric determination anions, metal ions dan drugs”, Thesis, Chemistry, The Faculty of Science and Technology of Mangalore University, India.
- Puvvada, G.V. and Murthy, D.S, (2000),”Selective precious metals leaching from a chalcopyrite concentrate using chloride/hypochlorite media”, *Hydrometallurgy*, vol.58, 185-191.
- Savvin, S.B., (1979), *Crit. Rev. Anal. Chem.*, vol.8, 55.
- Tian, K., Dasgupta, P.K., (2000),” Simultaneous flow-injection measurement of hydroxide, chloride, hypochlorite and

chlorate in Chlor-alkali cell effluents”, *Talanta*, vol.52, 623-630.

Widodo dan Aminuddin, (2011), “Upaya peningkatan perolehan emas dengan metode amalgamasi tidak langsung”, *Buletin geologi tata lingkungan*, vol.21, 83-96.

Wight, P., (2000), “Xantene Dyes”, *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, John Wiley & Sons, Inc.

Yanuar, E., (2015), “Pelindian emas dari batuan desa hijrah kecamatan lape-sumbawa dngan dengan larutan hipoklorit-klorida”, Tesis, Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Zhu, B., Xu, Y., Liu, W., Shao, C., Wu, H., Jiang, H., Du, B., Zhang, X., (2014), “A highly selective colorimetric probe for fast and sensitive detection of hypochlorite in absolute aqueous solution”, *Sensor and Actuators B: Chemical*, vol.191, 473-478.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh pada penelitian ini berdasarkan hasil dan pembahasan pada Bab IV antara lain: Adanya pengaruh hipoklorit terhadap Rhodamin B yang mengakibatkan penurunan absorbansi Rhodamin B. Pengukuran hipoklorit menggunakan Rhodamin B dapat dilakukan tanpa penambahan reagen KI dan buffer. Adanya pengaruh faktor waktu reaksi terhadap kinetika reaksi saat hipoklorit bereaksi dengan Rhodamin B sehingga didapatkan fungsi orde satu dalam reaksi tersebut. Adanya pengaruh pH pada spesi hipoklorit sehingga spesi HOCl yang bereaksi dengan Rhodamin B dan hipoklorit lebih cepat mengoksidasi pada pH asam daripada pH basa.

5.2 Saran

Penelitian ini perlu dilanjutkan mengenai aplikasi pengukuran hipoklorit dengan Rhodamin B pada sampel fasa air hasil pelindian emas dengan hipoklorit.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

Skema Kerja

Uji Pengaruh Hipoklorit terhadap Rhodamin B

1 ml NaOCl 10^{-2} M

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 2 mL HCl 10^{-3} M
- Ditambah 5 mL Rhodamin B 10^{-5} M
- Ditambah aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 5 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm -700 nm
- Dilakukan kembali untuk variasi NaOCl 5×10^{-3} M, 10^{-3} M, 5×10^{-4} M, 10^{-4} M 5×10^{-5} M dan 10^{-5} M.

Data Absorbansi

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

1 mL NaOCl 50 ppm

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1 mL HCl 2 M
- Ditambah 0,5 mL Rhodamin B 0,05%
- Ditambah aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 2 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm -700 nm
- Dilakukan kembali untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm

Data Absorbansi

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + KI

1 mL NaOCl 50 ppm

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1 mL HCl 2 M
- Ditambah 1 mL KI 2%
- Ditambah 0,5 mL Rhodamin B 0,05%
- Ditambah aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 2 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm – 700 nm
- Dilakukan kembali untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm

Data Absorbansi

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + Buffer

1 mL NaOCl 50 ppm

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1 mL HCl 2 M
- Ditambah 0,5 mL Rhodamin B 0,05%
- Ditambah 2 mL buffer pH 4
- Ditambahkan aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 2 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm – 700 nm
- Dilakukan kembali untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm

Data Absorbansi

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B + KI + Buffer

1 mL NaOCl 50 ppm

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 1 mL HCl 2 M
- Ditambah 1 mL KI 2%
- Ditambah 0,5 mL Rhodamin B 0,05%
- Ditambah 2 mL buffer pH 4
- Ditambahkan aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 2 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm -700 nm
- Dilakukan kembali untuk variasi NaOCl 40 ppm, 30 ppm, 20 ppm, 10 ppm

Data Absorbansi

Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Kinetika Reaksi

1 mL NaOCl 10^{-2} M

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 2 mL HCl 10^{-3} M
- Ditambah 5 mL Rhodamin B 10^{-5} M
- Ditambah aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 5 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm – 700 nm
- Dilakukan kembali setiap 5 menit selama 30 menit untuk semua variasi konsentrasi NaOCl 5×10^{-3} M, 10^{-3} M, 5×10^{-4} M, 10^{-4} M 5×10^{-5} M dan 10^{-5} M

Data Absorbansi

Pengaruh pH

1 mL NaOCl 10^{-2} M

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Dilakukan untuk pH 6
- Ditambahkan 1 mL HCl 10^{-3} M
- Ditambahkan 0,5 mL Rhodamin B 0,05%
- Ditambah aquademin hingga tanda batas
- Dikocok dan ditunggu 2 menit
- Diukur absorbansi dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 380 nm - 700 nm
- Dilakukan kembali untuk rentang pH 1-11 dengan menambahkan konsentrasi NaOCl dan HCl yang berbeda-beda.

Data Absorbansi

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN B

Perhitungan

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B

Limit Deteksi (D_L)

$$D_L = \frac{3,3\sigma}{s}$$

$$D_L = \frac{3,3(0,000632)}{0,0022}$$

$$D_L = 0,949 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Limit Kuantitasi (Q_L)

$$Q_L = \frac{10\sigma}{s}$$

$$Q_L = \frac{10(0,000632)}{0,0022}$$

$$Q_L = 2,875 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Keterangan:

σ = standar deviasi dari reagen blanko (n=5)

s = slope dari kurva kalibrasi

Tabel B.1 Tabel Uji t

Nilai t untuk selang kepercayaan	90 %	95 %	98 %	99 %
Nilai kritis t pada harga P	0,10	0,05	0,02	0,01
Derajat Kebebasan				
1	6,31	1,17	3,86	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	2,77	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85
30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
∞	1,64	1,94	2,33	2,58

Uji t

$$t = \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = \frac{|0,9959|\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9918)}}$$

$$t = 19,16$$

Dengan, $df = 4$, $\alpha = 0,05$ dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Tidak ada hubungan korelasi ($\mu_1 \neq \mu_2$)

H_1 = Ada hubungan korelasi ($\mu_1 = \mu_2$)

t tabel dilihat pada tabel = 2,77

maka, t hitung > t tabel sehingga H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan KI

Limit Deteksi (D_L)

$$D_L = \frac{3,3\sigma}{s}$$

$$D_L = \frac{3,3(0,000632)}{0,0022}$$

$$D_L = 0,948 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Limit Kuantitasi (Q_L)

$$Q_L = \frac{10\sigma}{s}$$

$$Q_L = \frac{10(0,000632)}{0,0022}$$

$$Q_L = 2,874 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Keterangan:

σ = standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$)

s = slope dari kurva kalibrasi

Uji t

$$t = \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = \frac{|0,9959|\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9918)}}$$

$$t = 19,16$$

Dengan, $df = 4$, $\alpha = 0,05$ dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Tidak ada hubungan korelasi ($\mu_1 \neq \mu_2$)

H_1 = Ada hubungan korelasi ($\mu_1 = \mu_2$)

t tabel dilihat pada tabel = 2,77

maka, t hitung > t tabel sehingga H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.

Uji F

Tabel B.2 Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Mean	0.0172	0.0072
Variance	1.22E-05	1.22E-05
Observations	5	5
df	4	4
F	1	
P(F<=f) one-tail	0.5	
F Critical one-tail	6.388233	

Didapatkan nilai F hitung = 1 dan F tabel = 6,39

Dengan $df = 4$, $\alpha = 0,05$, dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Ada homogenitas varians ($\mu_1 = \mu_2$)

H_1 = Tidak ada homogenitas varians ($\mu_1 \neq \mu_2$)

Maka, $F_{hitung} < F_{tabel}$, sehingga H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kurva sama.

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan Buffer

Limit Deteksi (D_L)

$$D_L = \frac{3,3\sigma}{s}$$

$$D_L = \frac{3,3(0,001265)}{0,0022}$$

$$D_L = 1,897 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Limit Kuantitasi (Q_L)

$$Q_L = \frac{10\sigma}{s}$$

$$Q_L = \frac{10(0,001265)}{0,0022}$$

$$Q_L = 5,750 \mu\text{gmL}^{-1}$$

Keterangan:

σ = standar deviasi dari reagen blanko (n=5)

s = slope dari kurva kalibrasi

Uji t

$$t = \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = \frac{|0,9959|\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9918)}}$$

$$t = 19,16$$

Dengan, $df = 4$, $\alpha = 0,05$ dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Tidak ada hubungan korelasi ($\mu_1 \neq \mu_2$)

H_1 = Ada hubungan korelasi ($\mu_1 = \mu_2$)

t tabel dilihat pada tabel = 2,77

maka, t hitung > t tabel sehingga H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.

Uji F

Tabel B.3 Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Mean	0.0168	0.0112
Variance	1.72E-05	1.22E-05
Observations	5	5
df	4	4
F	1.409836	
P(F<=f) one-tail	0.373679	
F Critical one-tail	6.388233	

Didapatkan nilai F hitung = 1,41 dan F tabel = 6,39

Dengan $df = 4$, $\alpha = 0,05$, dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Ada homogenitas varians ($\mu_1 = \mu_2$)

H_1 = Tidak ada homogenitas varians ($\mu_1 \neq \mu_2$)

Maka, $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$, sehingga H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kurva sama.

Pengukuran Hipoklorit dengan Rhodamin B dengan KI dan Buffer

Limit Deteksi (D_L)

$$D_L = \frac{3,3\sigma}{s}$$

$$D_L = \frac{3,3(0,000632)}{0,0022}$$

$$D_L = 0,949 \mu\text{g mL}^{-1}$$

Limit Kuantitasi (Q_L)

$$Q_L = \frac{10\sigma}{s}$$

$$Q_L = \frac{10(0,000632)}{0,0022}$$

$$Q_L = 2,875 \mu\text{g mL}^{-1}$$

Keterangan:

σ = standar deviasi dari reagen blanko ($n=5$)

s = slope dari kurva kalibrasi

Uji t

$$t = \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

$$t = \frac{|0,9959|\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9918)}}$$

$$t = 19,16$$

Dengan, $df = 4$, $\alpha = 0,05$ dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Tidak ada hubungan korelasi ($\mu_1 \neq \mu_2$)

H_1 = Ada hubungan korelasi ($\mu_1 = \mu_2$)

t tabel dilihat pada tabel = 2,77

maka, t hitung > t tabel sehingga H_0 ditolak, sehingga konsentrasi larutan dan absorbansi memiliki korelasi.

Uji F

Tabel B.4 Tabel Hasil Perhitungan Uji F Microsoft Excel

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Mean	0.0168	0.0092
Variance	1.72E-05	1.22E-05
Observations	5	5
df	4	4
F	1.409836	
P(F<=f) one-tail	0.373679	
F Critical one-tail	6.388233	

Didapatkan nilai F hitung = 1,41 dan F tabel = 6,39

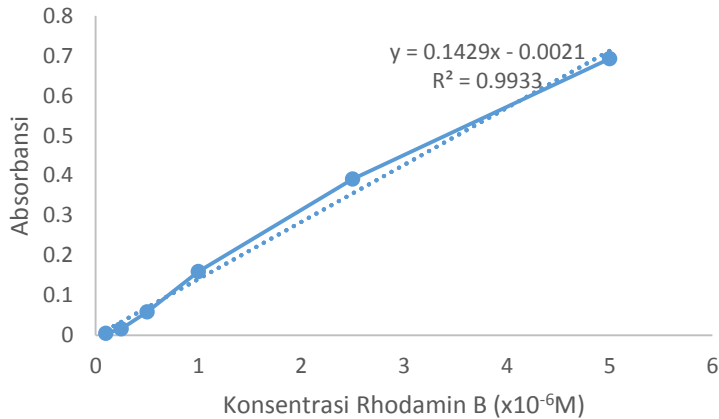
Dengan $df = 4$, $\alpha = 0,05$, dan tingkat kepercayaan 95%

H_0 = Ada homogenitas varians ($\mu_1 = \mu_2$)

H_1 = Tidak ada homogenitas varians ($\mu_1 \neq \mu_2$)

Maka, F hitung < F tabel, sehingga H_0 diterima, sehingga variasi dari dua populasi data pada kurva sama.

Perhitungan Orde Reaksi



Gambar B.2 Kurva Standar Rhodamin B

Berdasarkan persamaan regresi kurva standar Rhodamin B digunakan untuk mendapatkan nilai konsentrasi Rhodamin B sisa (CRB(t)) dan $\ln(\text{CRB}(t))$ untuk mendapatkan garis linear orde satu sebagai berikut:

Tabel B.5 Tabel untuk Penentuan Orde Satu

Waktu (menit)	Absorbansi	$x = \text{CRB}(t)$	$\ln \text{CRB}(t)$
5	0,358	$2,519 \times 10^{-6}$	-12,892
10	0,200	$1,414 \times 10^{-6}$	-13,469
15	0,103	$7,353 \times 10^{-7}$	-14,123
20	0,056	$4,065 \times 10^{-7}$	-14,716
25	0,034	$2,525 \times 10^{-7}$	-15,192
30	0,023	$1,756 \times 10^{-7}$	-15,555

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

Perhitungan Pengenceran:

Pengenceran HCl 2 M:

HCl 37%, $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$

$M_r \text{ HCl} = 36,5 \text{ g/mol}$

$$\begin{aligned} M \text{ dari } 37\% \text{ HCl} &= \frac{37}{100} \cdot \frac{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= \frac{44,03}{3650} \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 12,06 \text{ mol/L} \\ &= 12,06 \text{ M} \end{aligned}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12,06 \text{ M} \cdot V_1 = 2 \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{200}{12,06} = 16,6 \text{ mL}$$

Pengenceran HCl 10^{-3} M :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$2 \text{ M} \cdot V_1 = 0,1 \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{10}{2} = 5 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,1 \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-2} \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{1}{0,1} = 10 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,1 \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-3} \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{0,1}{0,1} = 1 \text{ mL}$$

Pengenceran NaOCl:

NaOCl 12%

massa piknometer = 20,14 g

volume piknometer = 25 mL

massa Piknometer + NaOCl = 51,04g

maka, massa NaOCl = 30,80 g

Mr NaOCl = 74,5 g/mol

$$\rho \text{ NaOCl} = \frac{30,80}{25} = 1,232 \text{ g/mL}$$

maka,

$$\begin{aligned} M \text{ dari } 12\% \text{ NaOCl} &= \frac{12}{100} \cdot \frac{1,232 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{74,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= \frac{14,784}{7450} \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \cdot \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 1,98 \text{ mol/L} \\ &= 1,98 \text{ M} \end{aligned}$$

Untuk pengenceran 10^{-2} M:

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1,98 \text{ M} \cdot V_1 = 0,1 \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{10}{1,98} = 5 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,1 \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-2} \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{1}{0,1} = 10 \text{ mL}$$

Tabel C.1 Molar dan Volume Pengenceran NaOCl

NaOCl (M)	M ₁	V ₁	M ₂	V ₂
5×10^{-3}	0,1 M	5 mL	5×10^{-3}	100 mL
1×10^{-3}	0,1 M	1 mL	1×10^{-3}	100 mL
5×10^{-4}	0,1 M	0,5 mL	5×10^{-4}	100 mL
1×10^{-4}	10 ⁻³ M	10 mL	1×10^{-4}	100 mL
5×10^{-5}	10 ⁻³ M	5 mL	5×10^{-5}	100 mL
1×10^{-5}	10 ⁻³ M	1 mL	1×10^{-5}	100 mL

Untuk pengenceran 50 ppm:

NaOCl 12 %

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12\% \text{ M. } V_1 = 1\%. 100$$

$$V_1 = \frac{100}{12} = 8,3 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1\% \text{ M. } V_1 = 0,25\%. 100$$

$$V_1 = \frac{25}{1} = 25 \text{ mL}$$

0,25% NaOCl

Ppm = $\mu\text{g/mL} = \text{mg/L}$

Maka,

$$0,25\% = \frac{0,25 \cdot 1000 \text{ mg}}{\frac{100}{1000} \text{ L}} = 2500 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = 2500 \text{ ppm}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$2500 \text{ ppm. } V_1 = 1000 \text{ ppm. } 100$$

$$V_1 = \frac{100.000}{2500} = 40 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1000 \text{ ppm. } V_1 = 500 \text{ ppm. } 100$$

$$V_1 = \frac{50000}{1000} = 50 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ ppm. } V_1 = 100 \text{ ppm. } 100$$

$$V_1 = \frac{10000}{500} = 20 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm. } V_1 = 50 \text{ ppm. } 100$$

$$V_1 = \frac{5000}{100} = 20 \text{ mL}$$

Tabel C.2 Molar dan Volume Pengenceran NaOCl

NaOCl (ppm)	M ₁ (ppm)	V ₁ (mL)	M ₂ (ppm)	V ₂ (mL)
40	100	40	40	100 mL
30	100	30	30	100 mL
20	100	20	20	100 mL
10	100	10	10	100 mL

Pengenceran Rhodamin B 10⁻⁵ M:

0,5 g Rhodamin B

Maka,

$$M = \frac{0,5 \text{ g}}{479} \times \frac{1000}{100} = 0,01 \text{ M}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,01 \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-4} \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{0,01}{0,01} = 1 \text{ mL}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-4} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-5} \cdot 100$$

$$V_1 = \frac{0,001}{0,0001} = 10 \text{ mL}$$

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Judul Lampiran	Halaman
A	Skema Kerja	51
B	Perhitungan	59
C	Perhitungan Pengenceran	69